



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales

**“Optimización de las etapas de síntesis de la zeolita X
a partir de caolín”**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTOR EN
CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

P R E S E N T A:

Mtro. En Ciencias de los Materiales

Damián Díaz Guzmán

Bajo la dirección de

Director:

Dr. Felipe Legorreta García

Codirectora:

Dra. María Aurora Veloz Rodríguez

Titular:

Dr. Edgar Arturo Chávez Urbiola

Suplente:

Dr. Màrius Ramírez Cardona



Mineral de la Reforma, Hidalgo. México. 2026



Mineral de la Reforma, Hgo., a 25 de febrero de 2026

Número de control: ICBI-D/299/2026
Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCIO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

El Comité Tutorial de la tesis titulada “**Optimización de las etapas de síntesis de la zeolita X a partir de caolín**”, realizado por el sustentante **Damián Díaz Guzmán** con número de cuenta **264094** perteneciente al programa de **Doctorado en Ciencias de los Materiales (tradicional)**, una vez que ha revisado, analizado y evaluado el documento recepcional de acuerdo a lo estipulado en el Artículo 110 del Reglamento de Estudios de Posgrado, tiene a bien extender la presente:

AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN

Por lo que el sustentante deberá cumplir los requisitos del Reglamento de Estudios de Posgrado y con lo establecido en el proceso de grado vigente.

Dr. Felipe Legorreta García
Director de tesis

Atentamente
“Amor, Orden y Progreso”

El Comité Tutorial

Dra. María Aurora Veloz Rodríguez
Codiectora

Dr. Edgar Arturo Chávez Urbola
Titular

Dr. Mârius Ramírez Cardona
Suplente

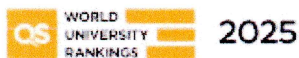
Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI



GVRIBO

Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
Teléfono: 771 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergarar@uaeh.edu.mx

“Amor, Orden y Progreso”



Agradecimientos

Quiero agradecer a la vida, esa sabia tejedora de caminos, por permitirme recorrer la maravillosa travesía que implica un doctorado. Este logro no es solo un título, sino el eco de las experiencias y personas que han iluminado mi sendero.

Mi gratitud eterna a mi madre, faro inquebrantable de fuerza y determinación. En sus ojos aprendí que rendirse no es una opción; su ejemplo ha sido la brújula que me ha guiado a través de las tormentas, recordándome que después de la noche más oscura, siempre llega el amanecer.

A mis hermanas Sinaí y Debie, compañeras de ruta y espejos de superación. Gracias por enseñarme a caminar siempre hacia adelante y por extender tu mano fraterna en los momentos justos, cuando más necesitaba un apoyo para no tropezar.

A Nelly, por mostrarme que la vida es un lienzo pintado con infinitos matices. Gracias por ser puerto en mis tempestades, tanto académicas como personales, desde aquellos días de licenciatura hasta hoy. Sin tu respaldo incondicional, este barco jamás habría llegado a buen puerto.

Al Dr. Felipe Legorreta, a quien honro llamando mentor. No solo me regaló sus conocimientos académicos, sino que, con su guía, esculpió partes de mi ser. Me enseñó a crecer, a mirar más allá y a entender que la excelencia profesional camina de la mano con la grandeza humana.

Y a ti, mi querido Rayito, pequeño ser de luz que iluminó mis noches de desvelo. En tu mirada silenciosa comprendí la esencia del amor: la paciencia, la empatía y la sabiduría de darle a cada cosa su justo espacio. Tu compañía fue el latido suave que ahuyentó la soledad en las madrugadas de estudio.

A todos ellos, gracias infinitas. Este logro es también suyo, porque en cada página de esta tesis late un pedacito del amor, la fuerza y la enseñanza que me han regalado.

Agradezco:

De forma especial el apoyo recibido por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) el cual promueve y estimula el desarrollo científico y tecnológico en México.

ÍNDICE

Índice de figuras.....	1
Índice de tablas.....	6
Resumen.....	7
Abstract.....	9
1. INTRODUCCIÓN.....	11
1.1 Definición del tema.....	11
1.2 Planteamiento del problema.....	15
1.3 Justificación.....	17
1.4 Hipótesis.....	18
1.5 Objetivo general.....	19
1.5.1 Objetivos específicos.....	19
2 ANTECEDENTES.....	22
2.1 Historia del desarrollo de la zeolita tipo X y su impacto en la industria.....	22
2.2 Zeolitas naturales y sintéticas en México.....	27
2.2.1 Investigaciones con zeolitas naturales en México antes del 2020.....	28
2.2.2 Investigaciones con zeolitas naturales en México después del 2020.....	34
2.2.3 Investigaciones en México con zeolitas sintéticas comerciales.....	39
2.2.4 Investigaciones en México con zeolitas sintéticas creadas en instituciones mexicanas.....	40
2.2.5 Investigaciones en México con zeolitas tipo X comerciales.....	43
2.2.6 Investigaciones en México sobre síntesis de zeolitas tipo X creadas en instituciones mexicanas.....	44
2.2.7 Investigaciones en México sobre estudios teóricos en zeolitas.....	44
2.3 Investigación preliminar que inspiró este trabajo de investigación.....	45
3 MARCO TEÓRICO.....	48
3.1 Zeolita natural faujasita.....	48
3.2 ¿Zeolita X, 13X o NaX.?.....	48
3.3 Otras variantes de la familia FAU.....	54
4 ESTADO DEL ARTE.....	57
5 METODOLOGÍA.....	60
5.1 Diseño experimental y enfoque general.....	60

5.2	Selección y evaluación de materias primas del lote 1 para precursores.	60
5.3	Primera etapa exploratoria: Selección y evaluación de método de síntesis.	62
5.4	Selección y evaluación de materias primas del lote 2 para precursores.	63
5.5	Segunda etapa exploratoria: análisis de variables críticas.	63
5.6	Construcción del reactor especialmente diseñado.	64
5.6.1	Propósito del reactor especialmente diseñado.	64
5.6.2	Descripción y diagrama esquemático.	66
5.6.3	Tabla de componentes y especificaciones.	68
5.7	Síntesis exitosa de zeolita X: Parámetros óptimos experimentales y caracterización.	70
5.8	Validación y repetibilidad del proceso.	71
5.9	Estudio de los mecanismos de transformación fases.	71
5.10	Tercera etapa exploratoria: pruebas de optimización.	71
6	ANÁLISIS Y RESULTADOS.	73
6.1	Técnicas empleadas.	73
6.1.1	Difracción de Rayos X (DRX).	73
6.1.2	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Análisis Elemental de Espectrometría de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS).	74
6.1.3	Fluorescencia de Rayos X.	75
6.1.4	Adsorción por N₂	75
6.2	Análisis y discusión de los precursores: Identificación de fases y composición química. 75	
6.3	Análisis de los productos adquiridos previos a la síntesis de zeolita X.	83
6.3.1	Efecto del cuarzo en el precursor.	83
6.3.2	Efecto del cambio en la relación másica y en las condiciones energéticas, usando los caolines CM3 y CMB.	87
6.4	Caracterización de la Zeolita X sintetizada.	90
6.4.1	Identificación de fase, cálculo de la fórmula empírica y tamaño de cristalito.	90
6.4.2	Morfología.	100
6.4.3	Estudio textural.	105
6.5	Repetibilidad.	109
6.6	Estudio de la transformación de fases.	110
6.6.1	Análisis de transformación de fases de las 4 etapas principales que conforman el protocolo establecido para la síntesis de la zeolita X.	112
6.7	Pruebas con otros caolines y condiciones óptimas.	118
7	CONCLUSIONES.	120
8	REFERENCIAS.	122

9	ANEXOS.....	137
9.1	ANEXO A.....	137
9.2	ANEXO B.....	146
9.3	ANEXO C.....	147
9.4	ANEXO C.....	149
9.5	ANEXO D.....	151
9.6	ANEXO E.....	152

Índice de figuras.

Figura 1. Número de patentes de síntesis de zeolitas por década, en la cual, se nota el aumento significativo en las últimas cuatro décadas. Gráfica extraída del libro Environmentally Friendly zeolites [21].	27
Figura 2. Los tetraedros TO ₄ son la Unidad Básica de Construcción de la zeolita 13X, con azul los iones Si ⁽⁴⁺⁾ o [Al] ⁽³⁺⁾ , con rojo los O. Imagen perteneciente al CIF 04-014-0612, modificada por el autor	49
Figura 3. Unidades Compuestas de construcción de la zeolita X, (a) y (b), son anillos simples, mientras que (c) y (d), son el mismo anillo doble visto desde diferente perspectiva. Imágenes de CBU's pertenecientes al CIF 04-014-0612, modificada por el autor.	50
Figura 4. (a) CBU formada con anillos simples. (b) Líneas se unen entre los átomos de Si o Al. Los O quedan en medio. (c) Representación simplificada. (d) En la jaula-β las ventanas de color verde representan los 4 anillos y las de color rojo representan los 6-a	51
Figura 5. (a) Tamaño interno y externo de la super jaula. (b) Representación sobrepuesta de la estructura atómica. (c) Representación simplificada. Imágenes modificadas por el autor.	52
Figura 6. Imagen extraída del artículo “CO ₂ Adsorption/Desorption in FAU Zeolite Nanocrystals: In Situ Synchrotron X-ray Powder Diffraction and in Situ Fourier Transform Infrared Spectroscopic Study” de Polisi et al. [105].....	53
Figura 7. Razones Si:Al en la zeolita X (a), y zeolitas tipo Y (b y c). Imagen extraída del artículo “Variation of the lattice parameter with aluminum content in synthetic sodium faujasites. Evidence for ordering of the framework ions” [115].....	54
Figura 8. Esquema general del proceso experimental, cada etapa experimental se distingue por un color diferente.	61
Figura 9. Esquema gráfico del reactor especialmente diseñado, en el cual se muestra cada componente tanto convencional de un laboratorio estándar como componentes extras de fácil adquisición. Esquema realizado por el autor.	67

Figura 10. Fases identificadas en los precursores del lote 1: CM1, CM2 y CM3. La fase cristalina de caolinita, de color rojo, presenta ser la fase cristalina principal y predominante. El pico principal del cuarzo- α predomina en CM1 y CM2.	76
Figura 11. Fases identificadas en los precursores del lote 2: CMR, CMD, CME y CMB. La fase cristalina de caolinita, de color rojo, presenta ser la fase cristalina principal y predominante. CMR y CMD presentan magnetita y haloisita.	77
Figura 12. Representación comparativa de los picos principales de la fase de caolinita en cada caolín. El pico de la PDF 00-060-0345 se exhibe con color rojo.	78
Figura 13. Masa % de los óxidos pertenecientes a los siete caolines, en comparación con los porcentajes del SiO ₂ y el Al ₂ O ₃ los demás óxidos son muy pequeños.	80
Figura 14. Color de las muestras del Lote 2.	81
Figura 15. Representación comparativa del pico principal de la fase de cuarzo- α (color azul) en cada caolín. Estos espaciamentos no solo contienen cuarzo- α sino también comparten espacio con otras fases cristalinas: illita, ópalo y caolinita.....	82
Figura 16. Difractogramas de los materiales precursores CM1 y CM2 (sección inferior), en los que se identifica la fase de cuarzo- α (indicada en azul). En los difractogramas de los productos sintetizados (sección superior), se observa la presencia de cuarzo- α	84
Figura 17. Difractograma del material precursor CM3 (sección inferior), en el que se identifica la fase de cuarzo- α (indicada en azul). En el difractograma del producto sintetizado (sección superior), se observa solo la presencia de un pico de cuarzo- α residual	86
Figura 18. Difractogramas de rayos X comparativos de los materiales precursores CM1, CM2 y CM3. Se observa que el precursor CM3 presenta una menor intensidad en el pico característico del cuarzo- α ($2\theta \sim 30.8^\circ$) en comparación con CM1 y CM2	87
Figura 19. Síntesis realizada con CM3, el producto adquirido corresponde a una fase cristalina CAN pura.....	88
Figura 20. Síntesis realizada con CMB, el producto adquirido corresponde a una fase cristalina CAN pura.....	89
Figura 21. Comparación de la síntesis de CAN realizada por Barrientos [86] (parte inferior) con la realizada en este trabajo de investigación (parte superior). Las flechas señalan picos que en nuestra síntesis denotan una mayor cristalinidad.	89

Figura 22. Comparación de la síntesis de CAN realizada por Legorreta & Valdez [85] (parte inferior) con la realizada en este trabajo de investigación (parte superior). Las flechas señalan picos que en nuestra síntesis denotan una mayor cristalinidad.....	90
Figura 23. Comparación de los difractogramas de rayos X del material sintetizado DD8 (color rojo) y el patron de referencia de faujasita (FAU) de la IZA DATABASE.	91
Figura 24. Análisis comparativo de los patrones de difracción con respecto a DD8.	94
Figura 25. Diferencias promedio, el difractograma perteneciente a la tarjeta 04-015-6149 presenta menor diferencia y el difractograma perteneciente a la tarjeta PDF00-012-0228 presenta mayor diferencia.....	94
Figura 26. Comparación de DD8 con los tres difractogramas con mejor ajuste.....	96
Figura 27. En el circulo verde se señalan los clústeres Na ₄ S ₄ en las posiciones I, I' y II' ubicadas en las jaulas sodalita y en el circulo azul se señalan anillos S ₆ y S ₈ en las posiciones II y III de las super cavidades. Imagen adquirida de VESTA.....	97
Figura 28. Análisis semicuantitativo por mapeo de EDS de la zeolita DD8.	98
Figura 29. Ajuste lineal para obtener el valor de la intercepción.	100
Figura 30. Comparación morfológica entre la zeolita X sintetizada en este trabajo (DD8, en azul) y reportes previos: Caballero et. al. [171] (amarillo), Kwakye-Awuah et. al. [172] (rosa) y Ge et. al. [173] (verde).	101
Figura 31. La barra de escala corresponde a 5 μm .. Micrografía de MEB (electrones secundarios) con campo de visión de 28 μm . El análisis estadístico mediante ImageJ reveló una distribución predominante en el rango de 0.45-1.0 μm	102
Figura 32. La barra de escala corresponde a 2 μm .. Micrografía de MEB (electrones secundarios) con campo de visión de 14 μm . El análisis estadístico mediante ImageJ reveló una distribución predominante en el rango de 0.4-0.6 μm . (n = 383 mediciones).....	103
Figura 33. La barra de escala corresponde a 1 μm . Micrografía de MEB (electrones secundarios) con campo de visión de 5.5 μm . El análisis estadístico mediante ImageJ reveló una distribución predominante en el rango de 0.6-0.7 μm . (n = 89 mediciones).....	103
Figura 34. Comparación morfológica entre los cristales de zeolita X sintetizados en este trabajo y los reportados por Celoria [178]. Ambos estudios emplearon protocolos experimentales similares, obteniendo rangos de tamaño de partícula equivalentes (0.5-1 μm).	104

Figura 35. Micrografías de MEB (electrones secundarios), con barras de escala correspondientes a 50 μm (a), 10 μm (b) y 2 μm (c).	104
Figura 36. Isotherma de adsorción de N_2 a 77 K de la muestra DD8 a bajas presiones en a) escala lineal y b) escala logarítmica	105
Figura 37. Comparación de difractogramas de rayos X: (a) Superposición de patrones de la zeolita X sintetizada (DD8) y la zeolita 13X comercial de China, mostrando el desplazamiento angular característico; (b) Ajuste del patrón de la zeolita comercial.....	149
Figura 38. Comparación de las micrografías con una barra de escala de 10 μm , de la zeolita 13X comercial de China (amarillo) y la zeolita X sintetizada (DD8). La diferencia de los tamaños entre ambas es significativa. Ambas se encuentran a escala.....	11250
Figura 39. Isothermas de adsorción-desorción de N_2 a 77 K: (verde) Zeolita DD8 mostrando comportamiento Tipo I (microporos puros); (negro) Zeolita 13X-China con perfil híbrido I/II (microporos +mesoporos).....	11550
Figura 40. Análisis de las isothermas de adsorción de las muestras DD8 y 13X para obtención del área BET . La línea representa el ajuste lineal de los puntos de la gráfica $V^{-1}(P/P_0)^{-1}$ contra P/P_0	1160
Figura 41. Análisis de las isothermas de adsorción de las muestras DD8 y 13X para obtención del área de mesoporos con el método-t. Las líneas representan el ajuste lineal del gráfico V contra t.....	1491
Figura 42. Difractogramas de las pruebas de reproducibilidad de la zeolita sintetizada en el LTC. Todas fueron realizadas con el caolín CMB excepto DD3 que fue realizada con el caolín CM3.....	15052
Figura 43. Gráfico de la temperatura real interna de la solución de reacción obtenido mediante el reactor especialmente diseñado. Las flechas azules marcan los tiempos en los que fueron tomadas las alícuotas para el análisis de transformación de fases.....	1503
Figura 44. Se observa que el sensor de temperatura interna se encuentra en la solución de reacción	15104
Figura 45. Gráfico de las etapas del mecanismo de transformación de fases en cada etapa perteneciente al protocolo de síntesis propuesto en este trabajo de investigación.....	152

Figura 46. Esquema gráfico realizado por el autor, del mecanismo de formación de aluminato y silicato de sodio por ataque alcalino: (a) Extracción de H⁺ del caolín genera sitios aniónicos ($\equiv\text{Si-O}^-$); (b) Neutralización electrostática por iones Na⁺ del NaOH parcial.....15207

Figura 47. Difractograma obtenido de la etapa de agitación 152

Figura 48. Difractogramas de rayos X de zeolita X sintetizada a partir de diferentes caolines naturales (CME, CMR, CMD), utilizando CMB como referencia. Se observan variaciones en cristalinidad, pureza de fase y presencia de contenido amorfo..... 15253

Figura 49. La fase predominante corresponde a caolín sin transformar, lo que evidencia que esta temperatura es insuficiente para las reacciones descritas en el apartado 5.6.1.....15253

Figura 50. Se identifica la formación de cancrinita en lugar de zeolita X, demostrando que la agitación es esencial para homogeneizar el medio alcalino y activar los núcleos de zeolita X 15254

Índice de tablas.

Tabla 1. Descripción y costos de los componentes totales para la fabricación del reactor especialmente diseñado. Los componentes con color azul se consideran elementos que no son equipamientos de un laboratorio estándar o de uso común.	68
Tabla 2. Valores en % de trazas mayores obtenidos por FRX de los siete precursores naturales	79
Tabla 3. Posiciones angulares 2θ , tanto de DD8 como de los picos de los difractogramas seleccionados	92
Tabla 4. Se presentan los datos calculados por los algoritmos creados para el ajuste de menor a mayor diferencias de promedio.....	95
Tabla 5. Datos del FMHW en cada posición 2θ y los cálculos realizados.	98
Tabla 6. Propiedades superficiales y de volumen de poros de las muestras DD8 y 13X. .	150

RESUMEN.

La síntesis convencional de zeolita X a partir de caolín mediante fusión alcalina presenta importantes desafíos metodológicos, ya que generalmente requiere pretratamientos intensivos del precursor que pueden ser mecánicos, térmicos y/o ácidos, así como, etapas intermedias como envejecimiento o sonicación. Estas exigencias incrementan la complejidad operativa, el tiempo de proceso y el gasto energético, constituyendo un obstáculo para una producción eficiente a nivel de laboratorio.

Esta tesis doctoral se centró en el desarrollo y optimización de una ruta sintética alternativa y simplificada para la obtención de zeolita X a partir de caolín. El argumento central sostiene que es posible sintetizar este material mediante un protocolo que elimine la necesidad de pretratamientos del caolín y reduzca significativamente tanto el tiempo como la temperatura de cristalización, en comparación con las estrategias previas reportadas en la literatura que se basan en el mismo principio de fusión alcalina. La investigación partió de la caracterización de siete caolines candidatos a precursores, identificándose fases cristalinas como caolinita, tridimita, cuarzo- α y en algunos casos, magnetita y haloisita.

El principal aporte metodológico de este trabajo es el establecimiento de un protocolo definitivo de cuatro etapas secuenciales: mezcla de los precursores, fusión alcalina, disolución del fundido en agua bajo agitación y cristalización hidrotermal en un reactor especialmente diseñado. Este protocolo fue el resultado de una fase de optimización que involucró 200 ensayos. La metodología no prescinde de aditivos, sino que reduce el número de etapas experimentales hasta en un 50% y el tiempo total de síntesis en aproximadamente

un 89% en comparación con rutas reportadas. El producto sintetizado, denominado DX, fue caracterizado exhaustivamente. Mediante difracción de rayos X se confirmó la formación de zeolita X, con un tamaño de cristalito calculado en $0.066 \mu\text{m}$. El análisis de textura porosa reveló una superficie específica BET de $679.92 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, un volumen total de poros de $0.344 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ y un volumen de microporos de $0.298 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$, correspondiendo a una isoterma de Tipo Ia que indica una estructura ultra microporosa. La morfología típica fue confirmada por microscopía electrónica de barrido, mostrando cristales de $0.4 \mu\text{m} - 0.8 \mu\text{m}$.

Los análisis comparativos con una zeolita comercial de referencia, una tipo 13X importada de China, demostraron que el material sintetizado, el cual se etiquetó como DX, posee propiedades superiores en aspectos clave. A pesar de presentar una relación Si:Al más alta, 1:26 frente a 1:10, la zeolita DX exhibió un área superficial BET y un área de microporos mayores, $679.92 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y $679.02 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, respectivamente, que la contraparte comercial con $637.70 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y $601.39 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$. Además, mostró una capacidad de intercambio catiónico considerablemente superior, 189.36 meq/g frente a 101.45 meq/g . El estudio del mecanismo de transformación mediante DRX reveló que la fusión alcalina genera especies reactivas: NaAlO_2 , Na_2SiO_3 y NaOH residual, que actúan como precursores para la nucleación y el crecimiento cristalino en la etapa hidrotérmica. La repetibilidad del proceso fue validada mediante nueve experimentos adicionales, y pruebas de optimización posteriores no lograron superar el rendimiento de la ruta propuesta, confirmando su eficiencia.

Esta investigación constituye una contribución significativa al campo de la síntesis de zeolitas, al ofrecer una alternativa simplificada y robusta que reduce el tiempo, el número de etapas y el gasto energético en la producción a nivel laboratorio de zeolita X de alta calidad. El protocolo establecido y la caracterización detallada proporcionan un marco metodológico reproducible y un conjunto de datos de referencia que pueden ser fundamentales para futuros trabajos orientados a la optimización de materiales porosos a partir de precursores minerales, impulsando metodologías más sostenibles y eficientes.

ABSTRACT.

The conventional synthesis of zeolite X from kaolin via alkaline fusion presents significant methodological challenges, as it generally requires intensive pretreatments of the precursor that can be mechanical, thermal, and/or acidic, as well as intermediate steps such as aging or sonication. These requirements increase operational complexity, process time, and energy expenditure, constituting an obstacle for efficient laboratory-scale production.

This doctoral thesis focused on the development and optimization of an alternative and simplified synthetic route for obtaining zeolite X from kaolin. The central argument maintains that it is possible to synthesize this material using a protocol that eliminates the need for kaolin pretreatments and significantly reduces both the crystallization time and temperature, compared to previous strategies reported in the literature based on the same alkaline fusion principle. The investigation began with the characterization of seven candidate kaolin precursors, identifying crystalline phases such as kaolinite, tridymite, alpha-quartz, alunite, and in some cases, magnetite and halloysite.

The main methodological contribution of this work is the establishment of a definitive four-stage sequential protocol: mixing of the precursors, alkaline fusion, dissolution of the fusion product (frit) in water under agitation, and hydrothermal crystallization in a specially designed reactor. This protocol was the result of an optimization phase involving 200 trials. The methodology does not eliminate additives, but it reduces the number of experimental stages by up to 50% and the total synthesis time by approximately 89% compared to reported routes. The synthesized product, labeled DX, was exhaustively characterized. X-ray

diffraction confirmed the formation of zeolite X, with a calculated crystallite size of 0.066 μm . Porous texture analysis revealed a BET specific surface area of 679.92 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$, a total pore volume of 0.344 $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$, and a micropore volume of 0.298 $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$, corresponding to a Type Ia isotherm indicative of an ultra-microporous structure. The typical morphology was confirmed by scanning electron microscopy, showing crystals of 0.4 μm - 0.8 μm .

Comparative analyses with a commercial reference zeolite, a type 13X imported from China, demonstrated that the synthesized material, labeled DX, possesses superior properties in key aspects. Despite having a higher Si:Al ratio, 1:26 versus 1:10, the DX zeolite exhibited a higher BET surface area and micropore area, 679.92 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ and 679.02 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$, respectively, compared to its commercial counterpart with 637.70 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ and 601.39 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$. Furthermore, it showed a considerably higher cation exchange capacity, 189.36 meq/g versus 101.45 meq/g. The study of the transformation mechanism via XRD revealed that the alkaline fusion generates reactive species: NaAlO_2 , Na_2SiO_3 , and residual NaOH , which act as precursors for nucleation and crystal growth in the hydrothermal stage. The repeatability of the process was validated through nine additional experiments, and subsequent optimization tests failed to surpass the performance of the proposed route, confirming its efficiency.

This research constitutes a significant contribution to the field of zeolite synthesis, offering a simplified and robust alternative that reduces time, the number of stages, and energy expenditure in the laboratory-scale production of high-quality zeolite X. The established protocol and detailed characterization provide a reproducible methodological framework and a set of reference data that can be fundamental for future work aimed at optimizing porous materials from mineral precursors, thereby promoting more sustainable and efficient methodologies.

1. INTRODUCCIÓN.

1.1 Definición del tema.

Las zeolitas sintéticas se consideran materiales de alto valor agregado debido a las propiedades que les confiere su estructura única, razón por la cual constituyen componentes clave en diversas aplicaciones industriales. Entre sus aplicaciones, principalmente se encuentran, su uso en detergentes, procesos petroquímicos, tratamientos de aguas residuales, separación de aire, sistemas de refrigeración, por mencionar algunos. De acuerdo con el informe de Markets and Markets (2025), firma especializada en inteligencia de mercados, las zeolitas sintéticas de mayor comercialización son los tipos A, X, Y, USY y ZSM-5. Por su parte, Market Research Future (2023) reportó que en 2023 el mercado global anual de zeolitas sintéticas alcanzó un valor estimado de 5.22 mil millones de dólares. Según sus estimaciones, se observa un crecimiento constante desde 2020, por lo que proyectan que este mercado continuará expandiéndose hasta alcanzar aproximadamente 6.36 mil millones de dólares en ventas anuales para 2032. Estas proyecciones reflejan el creciente uso de las zeolitas sintéticas en diversos sectores industriales. Cabe señalar que el sector con mayor participación de mercado en 2023 fue el de detergentes, donde se emplean zeolitas tipo X y A, las cuales mejoran la eficiencia de detergencia y disminuyen el impacto ambiental.

Desde su surgimiento, las zeolitas sintéticas han sido objeto de una extensa investigación a nivel mundial debido a su impacto industrial. Los enfoques de estudio abarcan diversas ramas. Por un lado, la síntesis se ha orientado a la producción de zeolitas a

partir de materiales de bajo costo, tales como cenizas volantes, lodos industriales, cenizas de cascarilla de arroz, escoria de alto horno y caolín, entre otros. Por otro lado, los métodos de síntesis han experimentado una amplia diversificación, incorporando técnicas como fusión alcalina, solvotermal, sol-gel, microondas, ultrasonido e ionotermal; no obstante, el proceso hidrotermal sigue siendo el más básico y, por ende, el más utilizado. Ambas líneas de investigación buscan desarrollar procesos sostenibles y económicos que no solo sean respetuosos con el medio ambiente, sino que también, en algunos casos, promuevan el reciclaje de materiales considerados desechos o de baja calidad, con el propósito de acercarse a los principios de la química verde

Asimismo, la investigación en zeolitas sintéticas no se limita al estudio de rutas de síntesis y precursores, sino que también abarca estudios sobre sus aplicaciones y análisis teóricos rigurosos de sus estructuras, los cuales inciden en sus propiedades y se complementan con técnicas computacionales avanzadas. En algunos casos, estas investigaciones integran diversas áreas de estudio sobre zeolitas.

En México, la situación de la investigación en zeolitas sintéticas difiere considerablemente, pues el enfoque nacional se ha centrado principalmente en zeolitas naturales. Estos estudios se orientan a la identificación de yacimientos, la caracterización de muestras extraídas y la evaluación de distintas aplicaciones de las zeolitas caracterizadas, entre las que figuran la remoción de metales, la eliminación de microorganismos patógenos, la alimentación animal, el uso agrícola y la catálisis en reactores.

A diferencia de la extensa investigación internacional en zeolitas sintéticas, el desarrollo de este tema en México presenta un avance significativamente limitado. Para el presente estudio, se realizó una revisión de la literatura científica generada por instituciones mexicanas, empleando bases de datos especializadas y motores de búsqueda académicos disponibles a través de la biblioteca digital de la UAEH. Debido a las limitaciones intrínsecas de los algoritmos de búsqueda en los títulos al utilizar términos como "zeolitas sintéticas mexicanas", los cuales no discriminan la procedencia geográfica de los investigadores, fue necesario implementar un filtrado manual basado en adscripciones institucionales. En consecuencia, este análisis, aunque pretendió ser exhaustivo, ofrece únicamente una perspectiva representativa de las investigaciones sobre zeolitas en el contexto nacional

Los trabajos recopilados revelan que el 60.32 % (38 artículos) se enfoca en zeolitas naturales, mientras que solo el 23.81 % (15 artículos) aborda la síntesis de zeolitas. Las investigaciones restantes se distribuyen en estudios teóricos estructurales (7.94 %, 5 artículos), aplicaciones realizadas con zeolita X comercial (4.76 %, 3 artículos) y síntesis de zeolita X (3.17 %, 2 artículos). Cabe destacar que, en estos últimos, la cristalinidad reportada no alcanza altos niveles de pureza. Además, la mayoría de los estudios sobre síntesis se limitan a procesos hidrotermales convencionales, y algunos se centran en la identificación de fases finales y, excepcionalmente, en el monitoreo de mecanismos de reacción o transformación.

Este panorama no solo refleja que la investigación en zeolitas sintéticas en México se encuentra en una etapa inicial, particularmente en lo que respecta a la síntesis de zeolita X, sino que también evidencia la importancia del presente trabajo de investigación. Su función principal en el campo de la ciencia de materiales consiste en desarrollar y optimizar una metodología de síntesis alternativa, simplificada y eficiente, que permita superar los obstáculos presentes en las rutas convencionales para la obtención de materiales microporosos de alto valor agregado, específicamente zeolitas sintéticas. El alcance de esta investigación se circunscribe a la síntesis de zeolita X a partir de un precursor mineral de bajo costo, en este caso caolín. El tema aborda la intersección de varias áreas de estudio: la optimización de la metodología sintética de fusión alcalina, la caracterización fisicoquímica del material poroso, el análisis de los mecanismos de transformación de fases y el diseño de un reactor especializado para procesos hidrotermales a bajas temperaturas, aspectos que se detallan a continuación:

1. **Optimización de síntesis.** El establecimiento de un protocolo definitivo y simplificado se considera el principal aporte de este trabajo, al buscar un procedimiento eficiente para obtener zeolita X a partir de caolín de baja calidad, material de bajo costo y amplia disponibilidad en el estado de Hidalgo.

2. **Caracterización físico química.** Se garantizó que el producto adquirido correspondiera a la zeolita deseada mediante la identificación de la fase cristalina por difracción de rayos X (DRX). A partir del difractograma, se calculó el tamaño de cristalito empleando la ecuación de Debye-Scherrer y se refinó mediante

la ecuación de Scherrer modificada. Con micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB), se realizó una descripción de los cristales y un análisis estadístico de su distribución de tamaños a partir de datos procesados con el software ImageJ. La fórmula estequiométrica de la zeolita se determinó mediante mapeos por espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS), convirtiendo los porcentajes en peso a porcentajes atómicos y aplicando la regla de Loewenstein. Finalmente, con datos de adsorción de N₂ se evaluaron las propiedades texturales: identificación del tipo de isoterma, área superficial BET, áreas de meso y microporos mediante el método t, así como volúmenes de microporos y volumen total a partir de la conversión del volumen de gas adsorbido.

3. **Análisis del mecanismo de transformación de fases.** Mediante DRX y modelos teóricos, se describieron los procesos físicos y químicos involucrados en cada etapa experimental, con el fin de comprender la transformación del caolín en zeolita X. Esto incluyó: i) identificación de la especie precursora, ii) comprensión de las interacciones durante la mezcla y fusión alcalina, iii) estudio del efecto de la agitación, y iv) análisis del crecimiento cristalino a partir de la nucleación.

4. **Diseño y fabricación de un reactor especialmente diseñado.** Se desarrolló un sistema de síntesis económicamente viable, equipado con monitoreo en tiempo real de la temperatura interna y visualización del proceso, lo que permitió un control preciso de las condiciones de reacción.

1.2 Planteamiento del problema.

La zeolita X constituye un material de notable importancia en diversos ámbitos industriales destacando su aplicación en procesos de adsorción, catálisis y, de manera significativa, en la formulación de detergentes. Su síntesis a partir de caolín mediante el método de fusión alcalina se ha posicionado como una alternativa económicamente viable frente al empleo de precursores puros de sílice y alúmina, al aprovechar un recurso mineral de menor costo. Esta relevancia industrial inicial enmarca la necesidad de contar con procesos sintéticos eficientes y optimizados

No obstante, las metodologías convencionales reportadas en la literatura para esta ruta sintética presentan limitaciones críticas. Los protocolos estándar se caracterizan por una complejidad operativa derivada de la multiplicidad de etapas requeridas, las cuales incluyen pretratamientos intensivos del caolín, ya sean, de naturaleza mecánica, térmica o química y, fases intermedias como envejecimientos prolongados o sonicación. Esta secuencia extensa genera en algunos casos, tiempos de cristalización que van desde las 20 horas e incluso pueden alcanzar hasta 90 horas, así como temperaturas de cristalización que van a partir de los 90 °C hasta los 200 °C en algunos casos. Incluso existen registros académicos en los cuales utilizan temperaturas de fusión que van desde los 500 °C hasta los 750 °C, lo que, conlleva el incremento en el gasto energético. Asimismo, algunos de estos métodos suelen depender del uso de aditivos o agente directores de estructuras.

En consecuencia, se identificó un problema central basado en la necesidad clara de optimizar el proceso de síntesis para desarrollar una ruta que fuera eficiente y sencilla. Dicha

optimización no se limitó únicamente en ajustes menores de parámetros, sino que propuso una reevaluación profunda del protocolo con el objetivo de:

- 1.- Eliminar pretratamientos del precursor y prescindir del uso de aditivos.
- 2.- Reducir el tiempo y la temperatura en las etapas de fusión y cristalización
- 3.- Simplificar la secuencia experimental global

A esta problemática operacional se suma una carencia en la comprensión científica fundamental del proceso, ya que existe una falta de estudios detallados sobre el mecanismo de transformación de fases en rutas de este tipo. La comprensión de las especies intermedias generadas durante la fusión alcalina, y su papel en la nucleación y el crecimiento cristalino durante la etapa hidrotermal, resultó fundamental para consolidar una metodología optimizada con rigor científico, superando el enfoque empírico, y garantizando la repetibilidad del proceso.

En virtud a lo expuesto, el presente trabajo se planteó para resolver la siguiente pregunta de investigación:

¿Es posible desarrollar un protocolo optimizado para la síntesis de zeolita X a partir de caolín que elimine los pretratamientos, reduzca sustancialmente los tiempos y temperaturas en las etapas de fusión y cristalización, simplifique la secuencia experimental global, y cuya eficacia pueda ser explicada mediante el estudio del mecanismo de transformación de fases involucrado?

La resolución de este problema es importante pues pretende superar los principales obstáculos de las rutas reportadas, contribuyendo al desarrollo de una metodología más rápida, económica y con fundamento científico sólido, con potencial utilidad inmediata en la optimización de procesos a nivel de laboratorio.

1.3 Justificación

La presente investigación se justifica por:

Su conveniencia desde una perspectiva metodológica, dado que el protocolo desarrollado no solo reduce el tiempo total de síntesis, sino también disminuye el consumo energético al reducir las temperaturas y tiempos en las etapas de cristalización y fusión, garantiza la obtención de una fase cristalina de zeolita X mediante una ruta optimizada. Esto se traduce directamente en una mayor eficiencia operativa a nivel laboratorio, sirviendo, así como un modelo experimental para procesos más económicos.

Su valor teórico, pues el trabajo aporta un sustento científico fundamental a un proceso que a menudo se aborda de manera empírica. El estudio detallado del mecanismo de transformación de fases, identifica y explica la generación de especies reactivas clave durante la fusión alcalina. Este aporte permite cerrar la brecha entre el empirismo experimental y la comprensión científica del proceso, proporcionando una comprensión rigurosa que valida y consolida la ruta optimizada, llenando así un hueco en la literatura especializada.

En el ámbito socioeconómico y de sustentabilidad, la investigación se justifica por la elección estratégica del caolín como materia prima, un recurso natural de bajo costo y amplia disponibilidad regional. La transformación de este recurso en un producto nanoestructurado de alto valor agregado, como la zeolita X, ejemplifica un modelo de valorización de recursos naturales y de manufactura avanzada. Este enfoque se alinea conscientemente con los preceptos de la sostenibilidad, al minimizar los pasos del proceso, reducir el gasto energético y aprovechar una materia prima abundante.

En consecuencia, las implicaciones prácticas de este estudio son significativas, ya que provee un protocolo repetible y eficiente para la obtención de un material tecnológicamente relevante a nivel laboratorio. Su valor principal reside en su contribución al avance científico-metodológico en el campo de la síntesis de zeolitas, ofreciendo una herramienta fundamentada para la investigación futura y el posible desarrollo tecnológico basado en recursos minerales.

1.4 Hipótesis

Se postula que la implementación de un sistema reactor de diseño propio, que permita el control y monitoreo en tiempo real de la temperatura interna de la reacción, constituye la condición experimental fundamental para desarrollar un protocolo optimizado de síntesis optimizado de zeolita tipo X a partir de caolín del estado de Hidalgo.

Como consecuencia directa de este enfoque, se plantea que el protocolo resultante será significativamente igual de eficiente que los métodos convencionales reportados, logrando la obtención de zeolita tipo X con un alto grado de pureza de fase. Asimismo, se hipotetiza que la fabricación de este sistema reactor será económicamente viable a escala de laboratorio.

Finalmente, se sostiene que los datos generados por este reactor, es decir, los perfiles de temperatura interna proporcionarán la información necesaria para determinar los conceptos y mecanismos básicos que explican la transformación de fase del caolín en zeolita tipo X, cerrando así una brecha de conocimiento en la literatura especializada.

1.5 Objetivo general.

Desarrollar y validar una ruta de síntesis optimizada de zeolita X a partir de caolín. Esto se realizará mediante el método de fusión alcalina, utilizando un reactor especialmente diseñado que permita el control y monitoreo *in situ* de la temperatura interna. El propósito de este desarrollo es eliminar los tratamientos previos y las etapas intermedias inherentes a los métodos convencionales, con el fin de reducir la complejidad experimental y el consumo energético de todo el proceso.

1.5.1 Objetivos específicos.

1. Revisar los protocolos de síntesis mediante fusión alcalina reportados en la literatura científica para la obtención de zeolita X a partir de caolín, con el fin de identificar y analizar críticamente las etapas de pretratamiento, intermedias y de cristalización que constituyen la base del problema de investigación.
2. Diseñar y construir un sistema reactor experimental que permita el control preciso y el monitoreo en tiempo real de la temperatura interna del proceso, así como la visualización de la reacción, con el fin de generar datos termo cinéticos confiables para el análisis del mecanismo de transformación de fases
3. Sintetizar zeolita X a partir de caolín mediante la ruta optimizada de fusión alcalina, ajustando iterativamente las condiciones experimentales guiado por la caracterización por DRX, hasta obtener un producto con una alta pureza de fase.

Una vez lograda la obtención de la zeolita tipo X:

4. Identificar la fase cristalina del material sintetizado mediante el análisis comparativo de su difractograma de rayos X con los patrones de referencia de las zeolitas de la familia de la faujasita (tipos X e Y), con el fin de confirmar la formación estructural de la zeolita X.
5. Calcular el tamaño de cristalito promedio de la zeolita sintetizada aplicando la ecuación de Scherrer modificada al análisis del ensanchamiento de los picos en el

difractograma de DRX, con el fin de cuantificar un parámetro morfológico fundamental que influye en las propiedades del material

6. Caracterizar la morfología y la distribución de tamaño de partícula de los cristales de zeolita sintetizada mediante el análisis de micrografías de microscopía electrónica de barrido (MEB) y el procesamiento estadístico con el software ImageJ, con el fin de describir cualitativa y cuantitativamente, la forma y dimensiones de los cristales obtenidos.
7. Clasificar la isoterma de adsorción-desorción de nitrógeno a 77 K de la zeolita sintetizada según la tipología de la IUPAC, mediante el análisis de su forma y la presencia de histéresis, con el fin de inferir la naturaleza dominante de su estructura porosa y establecer las bases para los análisis cuantitativos subsiguientes.
8. Determinar el área superficial específica total de la zeolita sintetizada. Mediante el ajuste lineal de los datos de la isoterma de adsorción de nitrógeno, utilizando la ecuación BET. Con el fin de cuantificar la superficie total accesible a la adsorción, que corresponde a la suma de las contribuciones de microporos, mesoporos y la superficie externa del sólido.
9. Cuantificar el área superficial correspondiente a la microporosidad y la mesoporosidad mediante la aplicación del método *t-plot* y la ecuación de Harkins-Jura al análisis de la isoterma de adsorción, con el fin de discriminar la contribución de cada tipo de poro a la textura global del material.
10. Calcular el área superficial correspondiente a la microporosidad. Mediante la diferencia entre el área superficial total (BET) y, la adición del área mesoporosa con el área de la superficie externa (ambas obtenidas del método *t-plot*). Para obtener una estimación precisa del área confinada en los microporos, que es la propiedad más relevante en materiales zeolíticos como la zeolita X.
11. Analizar la distribución del volumen de poros en función de su tamaño. Aplicando el modelo BJH (Barrett, Joyner y Halenda) a los datos de la isoterma de adsorción. Para calcular y caracterizar el volumen de los mesoporos y obtener información sobre la posible presencia de macroporos, completando así el análisis integral de la textura porosa.

12. Caracterizar una zeolita 13X comercial importada de China por medio de las mismas técnicas utilizadas para la zeolita sintetizada con el fin de comparar sus propiedades de ambas
13. Validar la repetibilidad y robustez del protocolo de síntesis optimizado mediante la ejecución de réplicas experimentales bajo las condiciones establecidas, con el fin de confirmar la consistencia en la obtención de zeolita X para realizar los análisis de transformación de fases de una manera segura.

2 ANTECEDENTES.

2.1 Historia del desarrollo de la zeolita tipo X y su impacto en la industria.

De manera general, las zeolitas se clasifican en dos grupos: naturales y sintéticas. Ambas son de suma relevancia globalmente, tanto en la investigación científica como en aplicaciones industriales. Debido a su importancia, a lo largo del tiempo se han realizado recopilaciones de sus diversas estructuras. El Atlas of Zeolite Framework Types ha documentado el número de estructuras a través de los años de acuerdo con Baerlocher (citado por Johnson & Arshad, 2014), en sus distintas ediciones. En su primera edición en 1970, se registraron 27 tipos de estructuras; para su segunda edición en 1987, se consideraban 64 tipos. Posteriormente, para su tercera edición en 1992, se catalogaron 85 tipos, ya para la sexta edición publicada en 2007, que actualmente se encuentra disponible en línea, se registraron 176 tipos (Baerlocher, et al.), sin embargo, en el libro *Verified Syntheses of Zeolitic Materials*, tercera edición, publicado en representación de la Comisión de Síntesis de la Asociación Internacional de Zeolitas en 2016 (Mintova, 2016), presenta el registro de 231 tipos de estructuras de zeolitas.

Las zeolitas sintéticas surgieron para suplir la necesidad industrial de materiales con mayor capacidad de adsorción. El descubrimiento de su función como tamices moleculares, marcó un punto de inflexión, orientando la investigación hacia el diseño específico de nuevos tipos de zeolitas para mejorar los procesos petroquímicos, entre las que ha destacado la zeolita tipo X. En esta sección se presenta una breve descripción de la historia sobre el origen de esta necesidad y la creación de la zeolita X.

Como se mencionó anteriormente, antes del uso de las zeolitas sintéticas en las aplicaciones industriales, se utilizaban las zeolitas naturales. Estas últimas fueron descubiertas en 1756 por el mineralogista y químico sueco Axel Fredrick Cronstedt, figura destacable en la mineralogía, considerado el fundador de esta disciplina como ciencia, ya que, estableció las bases para la geología sistemática siendo el primero en distinguir claramente entre minerales y rocas (Gusenius, 1969). Identificó la estilbita como un mineral,

mismo al que le que acuñó el término zeolita (Cronstedt, 1756). Este hallazgo marcó el inicio del estudio de las zeolitas naturales, aunque durante los primeros años estas investigaciones estuvieron limitadas solo al área de la mineralogía, es decir, identificar esos minerales que se consideraban raros e interesantes (Gusenius, 1969).

En las décadas posteriores, comenzaron a introducirse otras disciplinas académicas, dando al estudio de las zeolitas naturales un enfoque de mayor profundidad en sus propiedades. Este desarrollo histórico ha sido documentado a detalle en las diferentes revisiones históricas científicas y capítulos especializados de libros, elaborados por diversos autores reconocidos en el campo de las zeolitas (Flanigen, 1991) (Colella, 2005) (Millini & Bellusi, 2017). En estas publicaciones, destacan eventos históricos con mayor relevancia que han sido fundamentales para sentar las bases para el entendimiento las propiedades de las zeolitas naturales y así, poder utilizarlas en diferentes aplicaciones. Entre estos eventos encuentran, por mencionar algunos, el descubrimiento realizado por Damour en 1857 del fenómeno de deshidratación-hidratación en una zeolita natural sin que esta tenga un cambio aparente en su morfología. La investigación pionera sobre las capacidades de intercambio iónico realizada por Eichorn en 1858.

En 1862, se crea la primera zeolita sintética, la levynita, por Henri Sainte-Claire Deville (Férey, 2008, p. 4) (Johnson & Arshad, 2014), sin embargo, este suceso no pasó a mayor relevancia. En 1896 Friedel Georges, estudió el comportamiento de la analcima, debido a que esta, a comparación de otras zeolitas naturales, no absorbe agua fácilmente a temperatura ambiente. Observó el cambio de volumen y la birrefringencia al perder agua, así desarrolló la concepción de que las zeolitas deshidratadas tienen una estructura que consiste en un marco esponjoso (Friedel, 1899).

En 1905, las zeolitas naturales ya tenían relevancia en aplicaciones, pues se utilizaban como ablandadores de agua a escala comercial. Sin embargo, pese a su activa solicitud, aún se tenía la insatisfacción de sus capacidades de adsorción, por lo que, para satisfacer esas deficiencias se comenzó la búsqueda de alternativas sintéticas. En este contexto, Robert Gans, sintetizó aluminosilicatos que denominó *Permutits* (Whitehorn, 1923) (Čejka et al., 2007). Otro evento clave que influyó indirectamente en la fabricación de zeolitas fue que, en 1909, François Granjean, estudió la adsorción de especies químicas en la chabazita natural

deshidratada. Y aunado a esto, en 1924, se descubrió que dicha zeolita natural tiene la propiedad de selectividad molecular, ya que, adsorbía alcoholes de cadena corta y ácido fórmico, pero no éter o benceno, sin embargo, el término tamiz molecular aún no era introducido. Edith M. Flanigen (Flanigen, 1991), en su descripción histórica aborda dos puntos importantes, en primer lugar, que las primeras estructuras de zeolitas naturales fueron determinadas por Taylor y Pauling en 1930. Y, en segundo lugar, que, a mediados de ese mismo año, ya existían diversos trabajos sobre síntesis de zeolitas, sin embargo, estos no estaban completamente validados debido a la caracterización incompleta. En 1932, J. W. McBain en su artículo "*The sorption of gases and vapours by solids*", analizó la sorción de gases y vapores por diferentes sólidos, de aquí que introdujo el término tamiz molecular por primera vez (McBain, 1932).

En la década siguiente, se inician los estudios de adsorción de gases en las zeolitas, siendo Richard Maling Barrer el pionero (Lima et al., 2019, p. 2). En 1948, Barrer se basó en los principios de la génesis de las zeolitas naturales para intentar sintetizar chabazita, aunque no tuvo éxito logró sintetizar un nuevo mineral zeolítico, la mordenita sintética, que poseía las características de un tamiz molecular similares a las de la chabazita. Su síntesis se logró mediante en una conversión de fases minerales bajo la acción de soluciones salinas a temperaturas de 170-270 °C. Este trabajo marcó un hito en la aplicación de principios geológicos para reproducir materiales zeolíticos en el laboratorio (Barrer, 1948).

Mientras Barrer y su equipo trabajaban activamente en la síntesis de zeolitas, paralelamente, Robert M. Milton trabajaba en la División Linde de Unión Carbide con el objetivo de desarrollar materiales adsorbentes para la purificación y separación del aire mediante la adsorción física, utilizando diversos adsorbentes comerciales como la zeolita natural chabazita. A mediados de 1949, Milton solicitó un programa de síntesis de zeolitas, motivado por la limitada disponibilidad de chabazita natural debido a que no se conocían grandes yacimientos y, la necesidad crítica de encontrar alternativas sintéticas que replicaran las propiedades de adsorción de la chabazita, que era el único mineral que se conocía entonces con las características de adsorción requeridas para la purificación y separación de aire, y que hasta ese momento nadie había logrado sintetizarla. Así, en septiembre de ese año comenzó su experimentación obteniendo analcima y mordenita, sin embargo, para los propósitos

mencionados no eran útiles. En su trabajo autobiográfico (Milton, 1989), menciona que un factor clave que tuvo para dar grandes avances en su proyecto, fue que tenía la disposición de obtener los patrones de polvo de rayos X de sus experimentos en apenas 30 minutos, por lo que, llegó a evaluar hasta 16 muestras por día. Esta ventaja metodológica lo ayudó a obtener grandes avances, y a finales de 1949, ya había logrado sintetizar la zeolita A, la zeolita B, es decir, la gismondina, asimismo, la zeolita C, la cual resultó ser sodalita básica junto con 20 % de impureza de zeolita X. posteriormente, a mediados de **1950, logró sintetizar la zeolita X pura**, y a finales de ese mismo año sintetizó la chabazita, zeolita que buscaba desarrollar en un principio.

En 1953, Milton, junto con Thomas B. Reed y Donald W. Breck, consolidaron la síntesis de diversas zeolitas, incluyendo mordenita, chabazita, erionita, faujasita (tipo X) y gismondina, además de otras 14 especies inéditas en la naturaleza (Breck et al., 1956) (Reed & Breck, 1956). Este logro posicionó a Union Carbide como la primera industria en comercializar tamices moleculares de zeolitas sintéticas, con aplicaciones en el secado de gases refrigerantes y gas natural, ingresando al mercado en 1954. Para 1960, las ventas anuales de estos materiales alcanzaron los 7 millones de dólares anuales, consolidando la relevancia de las zeolitas sintéticas en la industria (Milton, 1989).

A partir de entonces, la zeolita tipo X destacó particularmente por su estructura cristalina y tamaño de poros, los cuales le proporcionan una alta capacidad de intercambio catiónico, permitiendo su uso como intercambiador iónico, tamiz molecular y adsorbente. Siendo crucial en operaciones de refinería, especialmente en los procesos de craqueo catalítico fluido (FCC, por sus siglas en inglés). Su impacto industrial fue tan importante que, en 1962, Mobil Oil sintetizó variantes derivadas de la zeolita X, como la zeolita Y, la ultraestable (USY) y la ZSM-5 (MFI), esta última sintetizada hasta 1978 (Moreno et al., 2016) (Vogt & Weckhuysen, 2015). Las estructuras de estas variantes proporcionan sitios ácidos de Brønsted y Lewis, esenciales para las reacciones catalíticas, lo que ha convertido a las zeolitas Y y USY en catalizadores destacados para numerosas aplicaciones petroquímicas, como el (hidro)craqueo, donde muestran notable actividad y selectividad (Verboekend et al., 2016) (Komvokis, Tan, Clough, Pan & Yilmaz, 2016, p. 274), dando como resultado en 1989,

el uso de aproximadamente 221 500 Ton/año de zeolitas sintéticas mundialmente (Bhatia, 1989/2020).

En 1970, se descubrió que las zeolitas sintéticas podían reemplazar los compuestos de fosfato en los detergentes en polvo, lo que generó otra nueva aplicación en el auge de su mercado, siendo actualmente, la mayor aplicación y comercialización de zeolitas sintéticas, en especial la zeolita X (Reeve.& Fallowfield, 2018).

Según Flanigen (Flanigen, 1991), desde principios de este milenio los tamices moleculares más utilizados comercialmente han sido las zeolitas tipo 5A, X y Y. Esta preferencia se debe a que estas zeolitas presentan un tamaño adecuado de poro en comparación con otros tamices comerciales, como el carbón y el carbón activado. Además, resalta que para diversas aplicaciones comerciales son las zeolitas tipo A, X, Y, L, “Zeolon” mordenita, ZSM-5, beta, MCM-22, F y W.

El impacto comercial de estas zeolitas ha sido tan elevado que, en 2008, durante la *Nanoporous Materials Gordon Research Conference* se formalizó el término "material nanoporoso" para referirse a las zeolitas y materiales moleculares relacionados (Flanigen, Broach, & Wilson, 2010). Así mismo, ese mismo año el mercado anual de zeolitas sintéticas y tamices moleculares alcanzó aproximadamente 1,800,000 toneladas a nivel mundial, según lo reportado por Davis e Inoguchi (citado por Johnson & Arshad, 2014). A partir de entonces, el impacto de las zeolitas sintéticas en la industria ha seguido creciendo ((Espejel Ayala, Reyes-Vidal, & Hernández Palomares, 2021) (Soonmin, 2024). Esto se puede constatar con lo reportado por Rafael Chaves Lima y colaboradores, en su libro *Environmentally Friendly zeolites*, en el cual, muestran que del año 2000 al 2010 se registraron aproximadamente 5000 patentes relacionadas con zeolitas sintéticas, figura 1, constatando su creciente importancia en aplicaciones sostenibles y tecnologías (Lima et al., 2019, p. 3).

Según datos recientes de S&P Global (S&P Global, s.f.), en 2022, de la venta total de zeolitas a nivel mundial, las zeolitas sintéticas representaron el 63% del consumo total. Actualmente, los principales productores, tanto de zeolitas naturales como sintéticas, a nivel internacional son: Albemarle Corporation, W.R. Grace & Co., BASF SE, Clariant AG, Honeywell UOP, Chemiewerk Bad Köstritz GmbH (CWK), Zeochem AG, Interra Global Corporation, Tosoh Corporation, Blue Pacific Minerals, Arkema Group, St. Cloud Mining

Company, Zeolyst International, Rota Mining Corporation, KNT Group, Bear River Zeolite Company, Zeotech Corporation, Anten Chemical Co. Ltd, Canadian Zeolite Corp, Zeo Natural, entre otros (GlobeNewswire, s.f.).

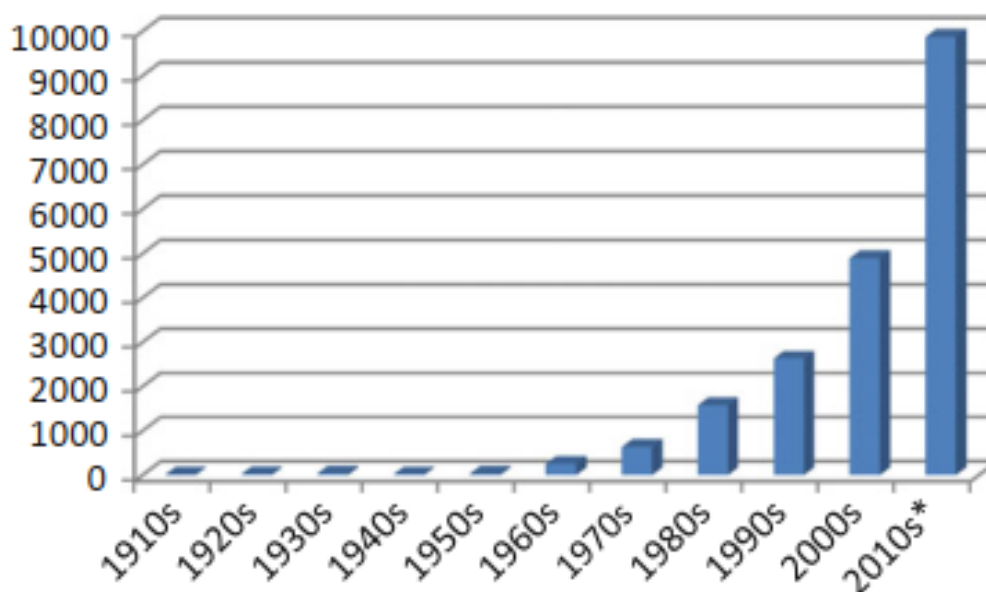


Figura 1. Número de patentes de síntesis de zeolitas por década, en la cual, se nota el aumento significativo en las últimas cuatro décadas. Gráfica extraída del libro Environmentally Friendly zeolites (Chaves et al., 2019).

2.2 Zeolitas naturales y sintéticas en México.

En esta sección se presenta un panorama general de la investigación científica relacionada con las zeolitas en México. En primer lugar, se abordan los trabajos realizados con zeolitas naturales, por ser las primeras en estudiarse en el país; posteriormente, se exponen las investigaciones sobre zeolitas sintéticas y, finalmente, aquellas centradas en el tipo X. Cabe resaltar que, a pesar del exhaustivo esfuerzo para compilar la información en este apartado, es posible que falten trabajos por mencionarse, esto no significa que no sean relevantes, sino es debido a las limitaciones de los algoritmos de búsqueda, pues, la complejidad radica en que no todos los estudios realizados en México se encuentran directamente identificables, pues en la mayor parte no se menciona que se realizaron con zeolitas sintéticas de México, lo que ocasiona que la búsqueda sea un proceso no lineal.

2.2.1 Investigaciones con zeolitas naturales en México antes del 2020.

Como se mencionó, el descubrimiento de las zeolitas naturales data de 1756; sin embargo, en México no fue hasta 1973 cuando Mumpton reportó el primer depósito de zeolita natural en el país, específicamente en la región de Oaxaca, caracterizando zeolitas de tipo mordenita y clinoptilolita (Mumpton, 1973). A partir de entonces, se han registrado yacimientos de diversos tipos de zeolitas en múltiples estados de la República Mexicana. Entre ellos se encuentran: Tlaxcala (clinoptilolita); Guerrero (clinoptilolita y heulandita); Estado de México (estilbita y harnotorna); Baja California Norte (analcima, chabazita, escolecita, estilbita, mesolita y natrolita); Baja California Sur (heulandita, mesolita y natrolita); San Luis Potosí (clinoptilolita, escolecita, estilbita, mordenita y natrolita); Puebla (clinoptilolita y mordenita); Guanajuato (clinoptilolita, chabazita, estilbita, lomontita, mesolita, mordenita y natrolita); Oaxaca (mesolita, natrolita y heulandita); Zacatecas (escolecita, estilbita, gismondina y natrolita); Sonora (clinoptilolita, estilbita, heroinita y mordenita); Tamaulipas (mordenita); Chihuahua (clinoptilolita, estilbita, lomontita, mordenita y natrolita); Jalisco (analcima, clinoptilolita, chabazita, estilbita, heulandita y natrolita); Michoacán (clinoptilolita, escolecita, estilbita, mesolita y wairakita); Morelos (mesolita y natrolita); Sinaloa (clinoptilolita, estilbita y natrolita); Veracruz (clinoptilolita, heulandita y mordenita); e Hidalgo (clinoptilolita, analcima, chabazita, estilbita y natrolita) (Calderón Velázquez, 2004; Canet & Prol-Ledesma, 2006; Ostrooumov, 2006; Pérez-González et al., 2020a; Díaz-Guzmán et al., 2020a; Andrade et al., 2008; Ostrooumov et al., 2012). Por otra parte, Younas (2023) señala que la producción anual de zeolitas naturales a nivel mundial alcanzó los 4 millones de toneladas en 2023.

De lo anterior se desprende que la investigación sobre zeolitas naturales en México no solo se ha centrado en el descubrimiento y reporte de yacimientos, sino también en la caracterización de los minerales zeolíticos provenientes de dichos depósitos. No obstante, es importante señalar que no todos los yacimientos existentes en el territorio nacional han sido sometidos a procesos de caracterización que evalúen su composición y propiedades. En este contexto, diversas instituciones académicas del país han desarrollado investigaciones

multidisciplinarias en torno a las zeolitas naturales. A continuación, se presentan algunos de estos trabajos:

- **Sobre remoción de metales.**

En 2001

Mabel Vaca Mier, de La Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco (Vaca Mier, 2001), en colaboración con investigadores de la Universidad McGill de Canadá, la Universidad Nacional Autónoma de México y la Universidad de Iowa, emplearon la zeolita tipo clinoptilolita proveniente de ETLA, Oaxaca, para la remoción de Cd^{2+} , Cr, Pb^{2+} y fenol. El estudio evaluó el efecto del pH en la eficiencia de remoción de los metales. Determinaron que el pH de la solución influye significativamente en la eficiencia de remoción de dichos metales. Para Pb^{2+} y Cd^{2+} la mayor eficiencia se alcanzó a pH neutro, ya que a $\text{pH} > 10$ se forman complejos hidroxil-aniónicos que reducen la remoción. Asimismo, se observó que la presencia de Cr(VI) inhibe la remoción de Pb^{2+} , debido a que este último presenta baja afinidad por los sitios de intercambio catiónico de la clinoptilolita, por lo que requiere ser reducido a su forma trivalente para ser eliminado de la solución. En cuanto al fenol, se sugirió que podría dificultar la remoción de los metales debido a la formación de complejos organometálicos.

Ese mismo año, María P. Elizalde González, del Centro de Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, junto con investigadores de dos universidades extranjeras, utilizaron zeolitas de origen mexicano, piedra volcánica y un polvo derivado de cactus para remover As(III) y As(V) (Elizalde-González et al., 2001). Las zeolitas modificadas con hierro mostraron efectividad en la remoción; además, se observó que el oxígeno y la activación ultrasónica favorecen la conversión de arsenito en arseniato, facilitando su eliminación.

En la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Roberto Leyva Ramos y colaboradores (Leyva Ramos et al., 2001) emplearon clinoptilolita recolectada en el mismo estado para realizar intercambios iónicos de Cr(III), Zn(II), Pb(II) y Cd(II) en soluciones acuosas. Los autores reportaron que la zeolita presentó mayor capacidad de intercambio para los iones Pb(II) y Cd(II).

En 2007.

M. G. Macedo-Miranda, de la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Toluca, y María Teresa Olguín, del Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (Macedo-Miranda & Olguín, 2007), evaluaron la capacidad de adsorción de arsénico As(V) en dos muestras de clinoptilolita provenientes de Etna, Oaxaca, y de Arroyo Chihuahua. Ambas zeolitas fueron sometidas a tres tratamientos: con cloruro de sodio (NaCl), con nitrato de lantano ($\text{La}(\text{NO}_3)_3$), con bromuro de hexadeciltrimetilamonio (HDTMABr) y con cloruro férrico (FeCl_3). Los resultados indicaron que la interacción entre el arsénico y las zeolitas modificadas depende tanto del tipo de modificación superficial como de la especie de arsénico presente en el agua. Se observó que a pH 3, la zeolita modificada con lantano mostró la mayor actividad, mientras que a pH 5 y 6, las modificadas con HDTMA y hierro resultaron más efectivas, siendo necesario un rango de pH entre 3 y 7 para una adsorción eficiente..

En el mismo departamento del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Marlene M. Llanes Monter, María Teresa Olguín y Marcos J. Solache Ríos (Llanes-Monter et al., 2007) emplearon clinoptilolita originaria de Oaxaca para adsorber Pb^{2+} mediante intercambio iónico. Los resultados mostraron que la clinoptilolita puede remover hasta 1.4 meq/g de Pb^{2+} a pH 3, mientras que a pH 2, los iones H^+ compiten con el Pb^{2+} por los sitios de adsorción. Adicionalmente, aunque la composición química de la zeolita se modificó tras la adsorción de Pb^{2+} , su estructura cristalina permaneció intacta.

En 2008.

Roberto Leyva Ramos y su equipo de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí (Leyva-Ramos et al., 2008) emplearon la misma zeolita clinoptilolita de estudios previos, pero esta vez modificada con el surfactante catiónico hexadeciltrimetilamonio (HDTMA) bromuro en su superficie externa. Esta modificación generó una superficie hidrofóbica apta para adsorber especies aniónicas, en este caso Cr(VI). Aunque la adición del surfactante disminuyó el área superficial de la zeolita debido al bloqueo de poros, la zeolita modificada adsorbió 22 veces más Cr(VI) que la zeolita natural. Se determinó que las condiciones óptimas para la adsorción corresponden a pH 6 y temperaturas moderadas.

Ese mismo año, José Ignacio Dávila Rangel y Marcos José Solache Ríos, ambos del Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (Dávila-Rangel & Solache-Ríos, 2008), utilizaron clinoptilolita proveniente de Villa de Reyes (San Luis Potosí) y del estado de Guanajuato. Las muestras fueron tratadas primero con NaCl y posteriormente con nitrato de cadmio ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$), con el propósito de evaluar la estabilidad del cadmio inmovilizado en la zeolita tras ser sometida a tratamientos térmicos y radiación gamma. El objetivo fue determinar su resistencia a la lixiviación en condiciones extremas, simulando escenarios de almacenamiento a largo plazo de residuos peligrosos.

En 2011.

Jovita Mendoza Barrón e investigadores de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, en colaboración con el Departamento de Química de la Universidad de Guanajuato (Mendoza-Barrón et al., 2011), emplearon clinoptilolita de un depósito de San Luis Potosí modificada con el surfactante catiónico bromuro de hexadeciltrimetilamonio (HDTMA) para mejorar su capacidad de adsorción de iones $\text{As}(\text{V})$. Los resultados mostraron que la capacidad de adsorción fue óptima a pH 7, mientras que a pH 5 o 12 disminuía debido a cambios en las especies de arsénico y en la carga superficial de la zeolita. La zeolita modificada con surfactante adsorbió 12.5 veces más arsénico que la natural.

En 2019.

Mohamed Abatal, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma del Carmen (Abatal et al., 2019), en colaboración con investigadores de diversas instituciones—entre ellas, la Facultad de Química de la misma universidad, el Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, el Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología, el Instituto de Investigaciones en Materiales (Unidad Morelia) de la Universidad Nacional Autónoma de México y la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Yucatán— emplearon clinoptilolita natural obtenida de Villa de los Reyes, San Luis Potosí, modificada con ácido para remover $\text{Pb}(\text{II})$. Se reportó que el tratamiento ácido incrementa la relación Si/Al y reduce la cantidad de iones intercambiables. Las muestras con relación Si/Al entre 4.37 y 7.91 presentaron mayor capacidad de adsorción (hasta 48.54 mg/g), mientras que aquellas con relaciones de 9.01 a 9.52 mostraron menor capacidad, pero se ajustaron

mejor al modelo de Freundlich. Estos resultados sugieren que las zeolitas modificadas con ácido pueden ser útiles en el tratamiento de aguas residuales con pH alto, donde otros materiales resultan menos efectivos.

- **Sobre adsorción de color.**

En 2007.

Enrique J. Lima, de la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, en colaboración con investigadores del Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México y del Instituto Politécnico Nacional, Zacatenco (Lima et al., 2007), compararon la capacidad de adsorción de una mordenita extraída de Oaxaca con la de otros materiales —arcillas, alúmina e hidrotalcita— con el objetivo de comprender las interacciones químicas que permiten la estabilización del color. Para ello, capturaron y estabilizaron los cromóforos de las flores de jamaica, generando pigmentos rojos duraderos mediante una aproximación que combina técnicas ancestrales con el uso de materiales modernos. Los adsorbentes más efectivos fueron la mordenita y la montmorillonita, ya que no solo capturaron el color, sino que lo mantuvieron estable durante meses, incluso en condiciones ácidas.

Sobre eliminación de contaminantes en el agua.

En 2000.

Rivera-Garza, del Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, en conjunto con investigadores de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma del Estado de México y del Laboratorio de Ingeniería de Zeolitas de la Universidad de La Habana, Cuba (Rivera-Garza et al., 2000), modificaron con iones de Ag^+ una zeolita natural compuesta principalmente por clinoptilolita y heulandita, originaria de Taxco, Guerrero. La incorporación de plata tuvo como propósito desarrollar un material antimicrobiano capaz de eliminar microorganismos patógenos del agua, tales como *E. coli* y *S. faecalis*, indicadores de contaminación fecal. Ambos microorganismos fueron eliminados eficazmente después de dos horas de contacto, y la concentración de plata en el agua se mantuvo en 50 $\mu\text{g/L}$, nivel considerado seguro por la norma mexicana NOM-041-SSA1-1993.

En 2010.

Roberto Leyva Ramos y su equipo de la Facultad de Ciencias Químicas, junto con Aragón Piña, investigador de la Facultad de Metalurgia, ambas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí (Leyva-Ramos et al., 2010), estudiaron la capacidad de intercambio de amonio de una zeolita tipo chabazita proveniente de un depósito mineral de Sonora, con el fin de evaluar su potencial para el tratamiento de aguas contaminadas con amonio. La zeolita fue sometida a diferentes condiciones experimentales —pH, temperatura y modificación de cationes— y los resultados se compararon con datos previamente reportados para clinoptilolita. La chabazita mostró una capacidad de intercambio de amonio 1.43 veces mayor que la clinoptilolita, lo que se atribuye a su menor relación Si/Al, resultando en una mayor efectividad.

En 2018.

Samantha Ortega Aguirre, del Laboratorio de Investigación en Ingeniería Ambiental del Instituto Tecnológico de Toluca, en colaboración con Marcos Solache Ríos, del Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (Ortega-Aguirre et al., 2018), modificaron con hierro una zeolita tipo clinoptilolita de origen mexicano con el propósito de eliminar el colorante Amarillo 6 —utilizado en alimentos como refrescos y dulces— del agua. Asimismo, compararon los resultados con los obtenidos mediante un biocompuesto de alginato-zeolita. Los resultados mostraron que la zeolita modificada presenta mayor eficiencia en la remoción de este colorante.

En 2019.

Fernando Berelleza Valdez, en colaboración con investigadores del Departamento de Investigaciones Científicas y Tecnológicas y del Departamento de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad de Sonora, así como del Departamento de Ciencias del Agua y Medio Ambiente del Instituto Tecnológico de Sonora (Berelleza-Valdez et al., 2019), emplearon dos tipos de biorreactores de lecho empacado —uno con zeolita natural y otro con poliuretano sintético— como soportes para bacterias nitrificantes, con el objetivo de eliminar tricloroetileno, un compuesto tóxico y cancerígeno presente en el agua. Dichas bacterias son capaces de degradar este compuesto, aunque su cultivo en grandes cantidades resulta

complejo. Las bacterias formaron biopelículas en ambos soportes, lo que permitió que ambos sistemas fueran efectivos para la eliminación del tricloroetileno, alcanzando una biodegradación del 62.7 % con zeolita y del 58.63 % con poliuretano.

- **Sobre aplicaciones en catálisis y reactores**

En 2014.

Rafael Huirache Acuña con su equipo de trabajo de la Facultad de Ingeniería Química, junto con investigadores del Departamento de Geología, ambas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, junto con investigadores del Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada de la Universidad Nacional Autónoma de México y el Instituto de Catálisis y Petroquímica de Madrid, España (Huirache-Acuña et al., 2014), han utilizado a la zeolita tipo clinoptilolita para que funcione como base para que ayude a distribuir y estabilizar sustancias activas del catalizador y así hacerlo más eficiente.

2.2.2 Investigaciones con zeolitas naturales en México después del 2020.

- **Sobre la remoción de metales.**

En 2020.

Perfecto Barragán Peña y Ma. G. Macedo Miranda, de la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Toluca, en colaboración con María Teresa Olgún, del Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (Barragán-Peña et al., 2021), modificaron con tiourea una zeolita tipo clinoptilolita proveniente del estado de Sonora para remover Cd^{2+} de aguas residuales. El material se aplicó en dos tipos de muestra: aguas residuales filtradas y aguas residuales filtradas y tratadas con oxidación biológica. En las primeras, la remoción no fue efectiva debido al bloqueo de los sitios de adsorción por partículas finas; en las segundas, se alcanzó una remoción del 34.17 % de Cd^{2+} .

En 2021.

Jonathan Paredes Aguilar y Kadiya Calderón, del Departamento de Investigaciones Científicas y Tecnológicas de la Universidad de Sonora, en colaboración con investigadores del Departamento de Ingeniería Química y Metalurgia de la misma universidad y del Department of Gastroenterology, Hepatology and Infectious Diseases de la Otto-von-Guericke-University of Magdeburg, Alemania (Paredes-Aguilar et al., 2021), removieron Ni(II) de aguas residuales industriales mediante un biorreactor anaeróbico empacado con zeolita natural y un consorcio bacteriano heterotrófico. El sistema alcanzó una eficiencia de remoción del 99 % para concentraciones de Ni(II) entre 200 y 250 ppm.

En 2023.

José Manuel Paderco Mendoza, Felipe Legorreta García, Nelly Karina Pérez González y Damián Díaz Guzmán, integrantes del Laboratorio de Tecnología y Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Paderco-Mendoza et al., 2023), realizaron un análisis preliminar sobre la reducción de diversos metales en aguas residuales empleadas para riego de cultivos, utilizando zeolita tipo clinoptilolita.

Carlos Alberto Caballero Dorantes y su equipo del Departamento de Ciencias Básicas de la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Azcapotzalco, en colaboración con Verónica Rangel Contreras, del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Zacatenco (Caballero-Dorantes et al., 2023), investigaron la remoción de iones fluoruro del agua empleando hidroxiapatita y zeolita natural tipo clinoptilolita proveniente de la mina San Francisco, San Luis Potosí, ambas modificadas con hierro. La zeolita mostró menor eficiencia que la hidroxiapatita, ya que esta última eliminó el fluoruro mediante quimisorción formando fluorapatita —con una remoción de hasta el 90 %—, mientras que la zeolita lo removió por adsorción física

- **Sobre la eliminación de contaminantes en el agua.**

En 2021.

Aparicio Vázquez y su equipo del Instituto Interamericano de Tecnología y Ciencias del Agua de la Universidad Autónoma del Estado de México, en colaboración con

investigadores de los Departamentos de Química y Biología del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares y del Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México (Aparicio-Vázquez et al., 2021), modificaron con plata una zeolita natural tipo clinoptilolita originaria de Taxco, Guerrero, para eliminar bacterias fecales como *Escherichia coli* del agua. Se realizaron dos modificaciones con concentraciones de 0.1 M y 0.01 M de AgNO_3 ; la primera resultó más efectiva, logrando la eliminación total de *E. coli*.

Perla Rubí Trejo Bustillos y Gabriela Alejandra Vázquez Rodríguez, del Área Académica de Química de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Trejo-Bustillos & Vázquez Rodríguez, 2022), realizaron estudios con zeolita tipo mordenita originaria de la localidad de Tezoantla, municipio de Mineral del Monte. La zeolita fue modificada con MnO_x y empleada como adsorbente en soluciones de azul de metileno.

José Domenzain González y su equipo del Laboratorio de Termodinámica del Instituto Politécnico Nacional, en colaboración con investigadores del Departamento de Materiales de la Universidad Autónoma Metropolitana y del Centro de Ciencias de Micro y Nanotecnologías del IPN (Domenzain-González et al., 2021), emplearon zeolita natural tipo heulandita para desarrollar membranas cilíndricas destinadas a la filtración de líquidos contaminados con el colorante RB5. Las pruebas se realizaron en un reactor fotoquímico (PCMR) que combina luz y agentes químicos para la descomposición del colorante. Bajo condiciones óptimas, las membranas eliminaron el 90 % del colorante en 30 minutos..

Jessica Guadalupe Piedra López y su equipo de la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Ingeniería Campus Zacatecas del Instituto Politécnico Nacional, en colaboración con investigadores de la Unidad Académica de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Zacatecas y de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León (Piedra-López et al., 2021), modificaron con TiO_2 una zeolita tipo clinoptilolita del estado de Guanajuato para degradar metropol, un fármaco contaminante del agua. En condiciones óptimas, el material logró degradar el 95 % del contaminante

En 2022.

Samantha Ortega Aguirre y su equipo del Instituto Tecnológico de Toluca (Tecnológico Nacional de México), en colaboración con investigadores del Departamento de Química del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares y del Tecnológico de Estudios Superiores de Jocotitlán (Ortega-Aguirre et al., 2022), removieron tintes azoicos como el Amarillo 6 —contaminante del agua proveniente de industrias textiles— utilizando zeolita natural tipo clinoptilolita originaria del estado de Puebla, suministrada por la empresa Zeolitech. La zeolita fue modificada con FeCl_3 , alcanzando una capacidad de remoción del 92 %; sin embargo, se observó liberación de hierro en el agua. Para evitar esta liberación, se modificó una zeolita con hierro y alginato (PAlg/ZFe), lo que redujo la remoción pero impidió la liberación de hierro.

Vianka Celina Hernández Fydrych y María del Carmen Fajardo Ortiz, del Departamento de Biotecnología de la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, junto con Mónica Liliana Salazar Peláez, del Departamento de Ciencias Básicas de la Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco (Hernández-Fydrych et al., 2022), emplearon zeolita natural como filtro en la parte superior de un reactor HUASB para optimizar el tratamiento de aguas residuales provenientes de un rastro de matadero de reses. Con una carga de 9.8 kg de contaminantes por metro cúbico al día, el sistema eliminó el 69 % de los contaminantes orgánicos y el 58 % de los contaminantes solubles; adicionalmente, el filtro de zeolita contribuyó a la eliminación de nutrientes como NH_4^+ y PO_4^{3-} .

En 2023.

Edith A. Álvarez Aguiñaga, María P. Elizalde González y Esmeralda García Díaz, del Centro de Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (Álvarez-Aguiñaga et al., 2023), emplearon zeolita natural obtenida de Villa Reyes, San Luis Potosí —compuesta por clinoptilolita y mordenita—, intercambiada con hierro y recubierta con nanopartículas de dióxido de titanio (TiO_2) para servir como soporte catalítico en la degradación de cafeína bajo luz UV en una solución de orina sintética. La cafeína, contaminante emergente en aguas residuales, se elimina en un 50 % durante cuatro ciclos de reacción.

- **Sobre caracterización**

En 2020.

Damián Díaz Guzmán, Felipe Legorreta García y Nelly Karina Pérez González, del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, caracterizaron dos zeolitas naturales adquiridas de la empresa Moliendas y Molinos de Pachuca S.A. de C.V. (Díaz-Guzmán et al., 2020a). De acuerdo con la nomenclatura establecida por el Subcomité en Zeolitas de la Asociación Mineralógica Internacional, ambas muestras correspondieron a la misma estructura zeolítica. Ese mismo año, los investigadores caracterizaron una muestra proveniente de Etna, Oaxaca (Díaz-Guzmán et al., 2020b), la cual fue identificada como clinoptilolita, empleando para ello criterios como el parámetro empírico y los lineamientos establecidos por Mumpton. Asimismo, caracterizaron otra muestra zeolítica de la región de Tlacolula de Matamoros, Oaxaca (Pérez-González et al., 2020), en la que identificaron la fase mordenita.

En 2023.

Grecia Pavlovich Cristopulos y Diana Meza Figueroa, del Departamento de Geología de la Universidad de Sonora, en colaboración con investigadores del Instituto de Geofísica y del Instituto de Geología de la Universidad Nacional Autónoma de México, así como del Departamento de Ciencias Químico-Biológicas de la Universidad de Sonora (Pavlovich-Cristopulos et al., 2023), caracterizaron once suplementos nutricionales comerciales que, según sus especificaciones, contenían zeolita natural. Los resultados mostraron que cuatro de las muestras analizadas no contenían zeolita; además, se evidenció que algunos productos presentaban niveles elevados de elementos tóxicos como As, Pb y V. Se identificó que cinco de los productos implican un riesgo carcinogénico elevado ($HI < 1$) debido a la presencia de metales tóxicos.

- **En otras aplicaciones**

En 2023.

Silvia BurrueI Ibarra y su equipo del Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales de la Universidad de Sonora, en colaboración con investigadores de la Dirección

de Lenguas Extranjeras de la Universidad Kino A.C., del Departamento de Investigación en Física y del Departamento de Ciencias Químico-Biológicas de la Universidad de Sonora (BurrueI Ibarra et al., 2023), evaluaron las propiedades de dosimetría termoluminiscente de una zeolita natural tipo chabazita recolectada en Divisaderos, Sonora. Se concluyó que esta zeolita puede ser utilizada como dosímetro de radiación, dado que su propiedad de termoluminiscencia la hace útil en aplicaciones médicas o de seguridad nuclear.

En 2025.

Edgar Arturo Chávez-Urbiola, Felipe Legorreta García, Damián Díaz Guzmán y su equipo de trabajo del Laboratorio de Tecnología y Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo desarrollaron fertilizantes a base de zeolita natural para su aplicación en cultivos de jitomate (Chávez-Urbiola et al., 2025). Bajo la supervisión del responsable del proyecto, el Dr. Felipe Legorreta García, se realizó un seguimiento fenológico continuo durante un período de 10 meses, en el cual el doctorando participó como colaborador directo en la recolección de datos. Los estudios mostraron un rendimiento notable en las plantas y corroboraron la ventaja fundamental de estos fertilizantes sobre los comerciales: no contaminan el suelo.

2.2.3 Investigaciones en México con zeolitas sintéticas comerciales.

- **Utilizadas en eliminación de contaminantes en el agua.**

En 2023.

Fanny Servín de Dios y su equipo de trabajo de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (Servin de Dios et. al., 2023) modificaron con ZnO a dos zeolitas, una natural y otra sintética con el objetivo de remover colorantes orgánicos como el azul de metileno y la rodamina B. Las zeolitas que utilizaron fueron, para la natural una tipo clinoptilolita obtenida de El Cajón, Sonora, y la zeolita sintética tipo A de Na adquirida de la empresa Sigma – Aldrich. Resultando tener una mayor efectividad la zeolita natural, logrando eliminar hasta un 60 %.

2.2.4 Investigaciones en México con zeolitas sintéticas creadas en instituciones mexicanas.

- **Utilizadas para la remoción de metales**

En 2021.

Gloria Lourdes Dimas Rivera y su equipo de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León, en colaboración con Ladislao Sandoval Rangel de la Escuela de Ingeniería y Ciencias del Tecnológico de Monterrey y Santiago Iván Suárez Vázquez de la Facultad de Ingeniería Civil de la Universidad Autónoma de Nuevo León (Dimas Rivera et al., 2021), modificaron con hexadeciltrimetilamonio (HDTMA) dos tipos de zeolitas para remover Cr: una natural tipo clinoptilolita, adquirida de la Mina San Francisco en San Luis Potosí, y otra tipo Linde A, sintetizada en laboratorio. La zeolita natural modificada mostró una mayor efectividad. Adicionalmente, las zeolitas fueron vitrificadas para evitar que el Cr removido se liberara nuevamente al medio ambiente

- **En otras aplicaciones**

En 2021.

Edith Luévano Hipólito, de la Facultad de Ingeniería Civil-Departamento de Eco materiales y Energía de la Universidad Autónoma de Nuevo León, en conjunto con investigadores del Centro de Investigación en Materiales Avanzados de Chihuahua (Luévano-Hipólito et al., 2021), sintetizaron zeolita NAS a partir de cenizas del volcán de Colima para utilizarla como soporte poroso en la incorporación de la unión ZnO/CuO. Este soporte tiene como propósito servir como catalizador para la producción de combustibles solares, como hidrógeno y metanol, a partir de agua y dióxido de carbono

En 2022.

Evelin Ruiz Zamora y su equipo de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León, en colaboración con investigadores de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Veracruzana, la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, la Escuela de Ingeniería y Ciencias

del Tecnológico de Monterrey, el Instituto Mexicano del Petróleo y el National High Magnetic Field Laboratory de la Florida State University (Ruiz-Zamora et al., 2022), sintetizaron una zeolita silíceica tipo pentasil autosoportada (SPP) con grupos de fósforo incorporados en su estructura. Esta zeolita pertenece a la familia MFI, que incluye materiales como la ZSM-5, y se desarrolló con una estructura jerárquica formada por nanoláminas conectadas ortogonalmente en una disposición tipo "casa de naipes". El material fue empleado como catalizador en la reacción de deshidratación de tetrahidrofurano (THF), una molécula derivada de biomasa, para producir 1,3-butadieno, compuesto de gran relevancia industrial utilizado en la fabricación de caucho sintético, producción de plásticos y como intermediario químico en procesos de síntesis.

- **Síntesis nacionales.**

En 2019.

Luis Mario González Rodríguez y su equipo del Instituto Politécnico Nacional, Zacatecas, en colaboración con investigadores de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León (González-Rodríguez et al., 2019), sintetizaron zeolita tipo A —también conocida como LTA— utilizando cascarilla de cebada, un residuo agroindustrial, como fuente de sílice.

En 2021.

Luz Elena Ibarra Cruz, Felipe Legorreta García, Jonnatan Valdez Sierra, Nelly Karina Pérez González y Damián Díaz Guzmán (Ibarra Cruz et al., 2021), del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, sintetizaron zeolita tipo gismondina a partir de arenas de caolín y desechos urbanos como latas de aluminio.

En 2022.

Damián Díaz Guzmán, Felipe Legorreta García y Nelly K. Pérez González, del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Díaz Guzmán et al., 2022), sintetizaron zeolita tipo sodalita mediante el método de fusión alcalina a partir de caolín de la región.

María Guadalupe Guerrero Olvera, Felipe Legorreta García, Damián Díaz Guzmán y Nelly K. Pérez González, del mismo laboratorio (Guerrero-Olvera et al., 2022), sintetizaron zeolita tipo L a partir de zeolita natural mediante un método de fusión alcalina.

En 2024.

José Adán Moreno Torres y Rafael Ramírez Bon del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro, junto con Fabricio Espejel Ayala del Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica del Parque Tecnológico Querétaro y, Eduardo Coutino González de la Sustainable Materials Unit del VITO Flemish Institute for Technological Research de Bélgica (Moreno-Torres et al., 2024) han sintetizado las zeolitas tipo NaP1 y NaP2 con alta cristalinidad a partir de clinoptilolita natural

Nelly Karina Pérez González, Damián Díaz Guzmán, Felipe Legorreta García, Edgar Arturo Chávez Urbiola, Luis Eduardo Trujillo Villanueva y Marius Ramírez Cardona del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Pérez-González et al., 2024), sintetizaron por medio de conversión interzeolítica han logrado obtener zeolita tipo merlinoita con un análisis de transformación de los cristales de la zeolita natural clinoptilolita a los cristales de merlinoita.

Felipe Legorreta García, Jonnatan Valdez Sierra, Edgar Arturo Chávez Urbiola y Marius Ramírez Cardona (Legorreta-García et al., 2024), del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, sintetizaron la zeolita tipo cancrinita y estudió las fases de transformación a partir de caolín.

Raúl Barrientos Hernández y su equipo de trabajo del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Barrientos-Hernández et al., 2024) sintetizaron las zeolitas Cancrinita, Sodalita, y dos zeolitas con una mezcla de fases, cancrinita con NaP1 y NaP1 con Na-A a partir de perlita.

2.2.5 Investigaciones en México con zeolitas tipo X comerciales.

En 1999.

María Teresa Olguín y su equipo de trabajo del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, junto con investigadores del Instituto de Física de la Universidad Nacional Autónoma de México y la Universidad Autónoma Metropolitana Iztapalapa (Olguín et. al., 1999), adquirieron zeolita tipo X de la compañía Sigma Chemical, la utilizaron para evaluar su capacidad para adsorber iones de uranio en dos formas químicas, como uranilo UO_2^{2+} y urano U^{4+} .

En 2017.

Martínez Nuñez con su equipo de trabajo del Centro de Investigación en Física de la Universidad de Sonora junto con investigadores del Departamento de Investigación en Física de la misma Universidad, e investigadores del Departamento de Nanocatálisis del Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México, Ensenada (Martínez-Nuñez et al., 2017), utilizaron una zeolita comercial llamada F9-NaX adquirida de Waco Chemicals Inc., como matriz para estabilizar puntos cuánticos de CuO y así estudiar el efecto SERS (Surface-Enhanced Raman Scattering). Estudiaron el fenómeno teóricamente usando simulaciones por computadora, con la teoría funcional de la densidad, para entender como interactuaron las partículas de CuO con la zeolita.

En 2022

Nelly K. Pérez González, Felipe Legorreta García, Damián Díaz Guzmán y Edgar Arturo Chávez Urbiola del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Pérez González, et al., 2022) sintetizaron nanopartículas de CuO y estudiaron el intercambio con una zeolita tipo X adquirida de una empresa comercial.

2.2.6 Investigaciones en México sobre síntesis de zeolitas tipo X creadas en instituciones mexicanas.

En 2010.

Adriana Medina y su equipo de trabajo del CINVESTAV IPN-Unidad Saltillo con investigadores del Instituto Mexicano del Petróleo y del Instituto de Ciencias de la Tierra “Jaume Almera” de Barcelona, España, (Medina et al., 2010) han sintetizado la zeolita X con una ruta de fusión usando NaOH y cenizas volantes de la planta de carbón “José López Portillo” de Coahuila.

En 2014.

Espejel Ayala y Ramírez Zamora de la Coordinación de Ingeniería Ambiental del Instituto de Ingeniería, junto con Schouwenaars del Departamento de Materiales y Manufactura de la Facultad de Ingeniería y el investigador Durán Moreno del Departamento de Ingeniería Química de la Facultad de Química todos de la Universidad Nacional Autónoma de México (Espejel-Ayala, et al., 2014) sintetizaron la zeolita X, pero no en una forma de fase pura, sino junto con otras fases de zeolitas A, P, sodalita y cancrinita. Esta síntesis fue realizada utilizando como materia prima un residuo industrial que es el lodo generado en una planta de tratamiento de agua potable.

2.2.7 Investigaciones en México sobre estudios teóricos en zeolitas.

Entre 2021 y 2023 se encuentran las investigaciones realizadas por Joel Antúnez García del Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México, Ensenada, quien en colaboración con investigadores del Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, la Saint-Petersburg State University, la Universidad Politécnica de Baja California y el Instituto Tecnológico Superior de Guasave de Sinaloa, han realizado investigaciones que se basan en cálculos teóricos y simulaciones por Teoría del Funcional de la Densidad con el objetivo de estudiar a profundidad, y así, aclarar, como los cationes de aluminio reemplazan biomorficamente a los de silicio en la

estructura tetraédrica de la zeolita tipo mordenita dando como resultado que la distribución de aluminio sigue la regla de Lowenstein pero no satisface la regla de Dempsey, así como, determinar las posiciones de los átomos de aluminio, específicamente del séptimo al noveno, y sus cationes de intercambio asociados dentro de la celda unitaria de la mordenita, enfocándose en configuraciones de energía mínima. También para comprender el impacto de la reducción dimensional y el papel de los cationes superficiales H^+ y Na^+ de una zeolita tipo MFI y la tipo LTA (Antúnez-García et al., 2021) (Antúnez-García et al., 2022) (Antúnez-García et al., 2023) (Antúnez-García et al., 2024). Cabe resaltar que estos modelos teóricos están basados en datos previos de estructuras cristalinas de la base de datos IZA – Database y no con zeolitas sintetizadas.

Otro trabajo teórico es realizado por Youness Abdellaoui de la Universidad Autónoma de Yucatán, Cinvestav de Saltillo y la University of Oulu, junto con investigadores de Faculty of Applied Sciences, Department of Applied Chemistry, Laboratory of Organic Chemistry and Physical Chemistry, Faculty of Sciences, Laboratoire Matériaux et Systemes Interfaciaux LMSI, Materials Science and Nanoengineering Department (MSN), Laboratory of Coordination and Analytical Chemistry, Laboratory of Biotechnology, Materials and Environment, todas estas de Morocco, así como de Departamento C.M., I.M. y Química Inorgánica, España, LCC-CNRS, Université de Toulouse, Francia y la Universidad Autónoma de Baja California (Abdellaoui et al., 2024) quienes realizaron una caracterización avanzada y simulaciones computacionales a una zeolita tipo W que sintetizaron ellos mismos, esto con el fin de diseñar un adsorbente híbrido eficiente basado en zeolita W funcionalizada con APTES, este trabajo teórico ayuda a entender y modelar los procesos de adsorción a nivel molecular.

2.3 Investigación preliminar que inspiró este trabajo de investigación.

Damián Díaz Guzmán, Felipe Legorreta García, Edgar Arturo Chávez Urbiola, Nelly Karina Pérez González y el equipo de trabajo del Laboratorio de Tecnología de Cerámicos de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (Díaz-Guzmán et al., 2026), realizaron la caracterización mineralógica y la evaluación agronómica de sustratos compuestos

formulados a base de roca feldespática con contenido de zeolita natural, roca fosfórica y perlita expandida, para su aplicación en el cultivo de *Lactuca sativa* L. El propósito fundamental de dicho trabajo radicó en desarrollar y validar sustratos minerales de liberación lenta de nutrientes, posicionándolos como una alternativa sostenible y de bajo costo a los fertilizantes convencionales, con el fin de mitigar los problemas ambientales asociados a la lixiviación de nitratos y fosfatos. Para ello, formularon seis mezclas experimentales a partir de dos variedades de roca feldespática, de distinta procedencia geográfica (Hidalgo y Veracruz, México). Dichos precursores fueron sometidos a un proceso de intercambio iónico con iones NH_4^+ para funcionalizarlos como reservorios de nitrógeno. Las rocas, en sus versiones intercambiada y no intercambiada, se combinaron en proporciones definidas (20%, 40% y 60%) con roca fosfórica molida —que fungió como fuente de fósforo— y perlita expandida, incorporada como agente acondicionador de la estructura física del sustrato. El desempeño agronómico de estas formulaciones fue evaluado de manera comparativa frente a un testigo constituido por perlita inerte irrigada con solución nutritiva Steiner.

La caracterización estructural de las materias primas mediante difracción de rayos X (DRX) permitió identificar sus fases cristalinas constitutivas. En las zeolitas naturales se identificaron las fases de heulandita y sanidina. El análisis de la perlita expandida reveló la presencia de las fases amorfa característica de la perlita, junto con sanidina y cuarzo. Por su parte, el difractograma de la roca fosfórica confirmó a la fluoropatita como fase mayoritaria, con cuarzo como impureza cristalina. Estas observaciones fueron complementadas con análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB), cuyas micrografías revelaron la presencia de morfologías cristalinas características de la heulandita.

La capacidad de intercambio catiónico (CIC) de las zeolitas se cuantificó mediante espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado por inducción (ICP-OES), tras someter las muestras a un intercambio catiónico con NH_4NO_3 . Los valores obtenidos fueron de 0.90 meq/g para la roca de Hidalgo (RH) y 0.75 meq/g para la roca de Veracruz (RV). La evaluación agronómica, basada en parámetros de longitud radical, peso fresco y contenido de materia seca de la lechuga, demostró que todas las mezclas minerales superaron significativamente al testigo. Cabe destacar que los sustratos formulados con un 40% de minerales bioactivos (SRH-40 y SRV-40) exhibieron el mejor equilibrio entre crecimiento

aéreo, acumulación de biomasa y desarrollo radicular. Este desempeño óptimo se atribuye a la sinergia entre los componentes, que propició una liberación gradual de nutrientes, una alta capacidad de retención hídrica y una aireación adecuada.

En consecuencia, se concluyó que estas mezclas zeopónicas representan una estrategia viable y ecológica para la nutrición vegetal, reduciendo la dependencia de fertilizantes sintéticos y su consecuente impacto ambiental. Los resultados prometedores de este estudio constituyeron la premisa fundamental para la siguiente fase de esta investigación: la búsqueda de materiales con mayor eficiencia y consistencia. Esto motivó el estudio de la síntesis de la zeolita X, la cual posee una estructura de tipo faujasita con una porosidad ultra alta y una capacidad de intercambio catiónico significativamente mayor que las zeolitas naturales. Se postula que este material sintético permitiría el diseño de un material nanoestructurado de altísima eficiencia, optimizando de manera sustancial los mecanismos de retención y cesión controlada de nutrientes como el amonio.

3 MARCO TEÓRICO.

3.1 Zeolita natural faujasita.

La zeolita X pertenece a la familia faujasita, FAU, de acuerdo al código de tres letras asignado por la Comisión de Estructuras de la Asociación Internacional de Zeolitas, código IZA (McCusker Et al., 2003). Esto se debe a que comparte la misma estructura con la zeolita natural faujasita (Algieri et al., 2009).

Los parámetros de red de la zeolita natural tipo faujasita fueron descritos por Bergerhoff, Baur y Nowacki en 1958 (Bergerhoff et al., 1958). Especificaron que, tiene una estructura cúbica con un tamaño de celda unitaria de 24.74 Å, perteneciente al grupo espacial $O_h^7 - Fd3m$. Con una composición química $NaCa_{0.5}(Al_2Si_5O_{14}) \cdot 10 H_2O$ y 192 posiciones atómicas equivalentes y 7 átomos independientes, es decir, 192/7 unidades por celda. Sin embargo, Baur en 1964 (Baur, 1964), al refinar la estructura de la zeolita natural faujasita determinó que Nowacki no calculó con precisión los sitios de las moléculas de agua. Sus cálculos obtenidos por su refinamiento realizado son los aceptados por la IZA Data Base (Structure Commission of the IZA, s.f.) para la zeolita natural faujasita, los cuales son los mismos parámetros que los registrados por Nowacki.

3.2 ¿Zeolita X, 13X o NaX.?

Es fundamental establecer una aclaración de la terminología con respecto a la zeolita sintetizada en este trabajo de tesis. Como se documentó en los antecedentes, Robert Milton en 1959 al trabajar para Unión Carbide sintetizó una zeolita que tenía la estructura de la zeolita natural tipo faujasita (Milton, 1989). Esta zeolita la patentó con el nombre de zeolita X, esto con el fin de diferenciarla de la zeolita natural, como bien lo menciona en su patente (Milton, 1959). Sin embargo, en la literatura se puede encontrar que hacen referencias directas de la zeolita X como Linde X, el cual, es el nombre utilizado en el registro del IZA Database (Broach, 2010, p.38). Comúnmente para contextos académicos se denomina NaX para enfatizar su forma sódica, sin embargo, también se designa comercialmente 13X utilizada en aplicaciones industriales (Sircar & Myers, 2003, p. 1066) .

Una vez aclarado lo anterior, es importante mencionar que su distinción con otras variantes con isomorfia estructural, radica en su relación Si/Al, que para la zeolita X se encuentra entre un rango de 1.0 a 1.5. A continuación, en este apartado se describe la estructura de la zeolita X, para esto, se hace uso de la nomenclatura asignada para las características estructurales de materiales micro y mesoporosos (McCusker et al., 2003)

Unidades Básicas de Construcción de la zeolita tipo X

La estructura de la zeolita X consiste fundamentalmente en tetraedros de TO_4 que son sus unidades básicas de construcción (BBU por sus siglas en inglés), donde T son sus átomos centrales de Si o Al, y los O son sus átomos periféricos, con nomenclatura ceH y peH, respectivamente, ver figura 2. En estos tetraedros el Si^{4+} es el ion predeterminado, sin embargo, cuando un ion Al^{3+} es el ceH se requiere de un catión compensador de carga, en este estudio consideramos estructuras con cationes Na^+ como compensadores, de ahí que la zeolita X de igual manera se denomine zeolita NaX. La distancia aproximada entre los T-O para la NaX son de 1.627 Å, 1.622 Å, 1.616 Å, 1.612 Å y con ángulos de 132°, 141°, 136° y 147° (Smith, 1974).

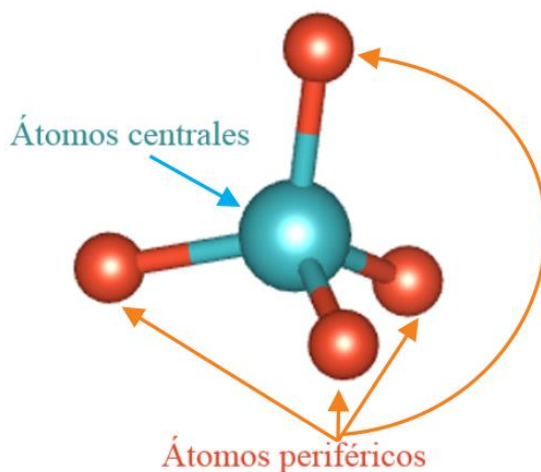


Figura 2. Los tetraedros TO_4 son la Unidad Básica de Construcción de la zeolita 13X, con azul los iones Si^{4+} o Al^{3+} , con rojo los O. Imagen perteneciente al CIF 04-014-0612, modificada por el autor

- ***Unidades Compuestas de Construcción de la zeolita tipo X***

Estas BBU se unen para formar unidades compuestas de construcción (CBU), en este caso para la zeolita X, se forman tres tipos de CBU:

i. **Anillos simples.** Al unir cuatro BBU's se forman anillos de 4 miembros, y al unir seis BBU's se forman anillos de 6 miembros, estos se describen como 4-anillos y 6-anillos, según la nomenclatura citada, aunque también se definen como 4MR y 6MR, respectivamente. Los 4MR tienen un diámetro de $\sim 1.8 \text{ \AA}$ y los 6MR un diámetro $\sim 2.4 \text{ \AA}$ (Polisi et al., 2019), ver figuras 3(a) y 3(b).

ii. **Anillos dobles.** Cuando se unen dos anillos simples 6MR y seis anillos simples 4MR, se forma un anillo doble que se describe como $[6^24^6]$, ver figuras 3(c) y 3(d).

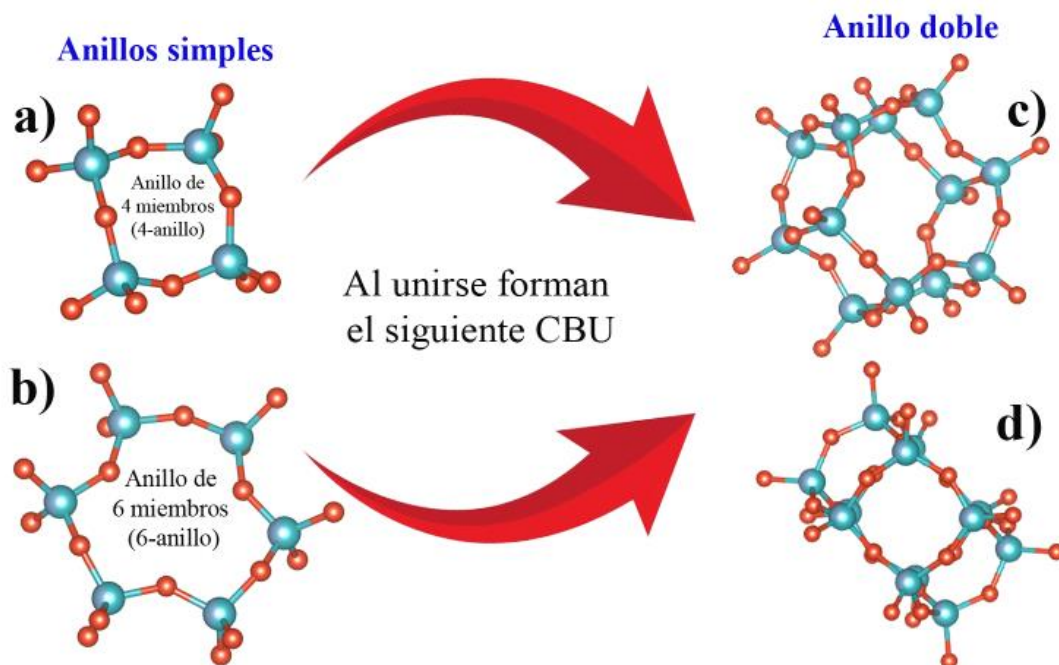


Figura 3. Unidades Compuestas de construcción de la zeolita X, (a) y (b), son anillos simples, mientras que (c) y (d), son el mismo anillo doble visto desde diferente perspectiva. Imágenes de CBU's pertenecientes al CIF 04-014-0612, modificada por el autor.

iii. **Unidad poliédrica.** Otro CBU que se forma en este caso es cuando se unen ocho 6MR y seis 4MR, así se forma una unidad poliédrica que es un cuboctaedro, a este, comúnmente se le denomina jaula sodalita o jaula- β (Chukanov et al., 2021). El descriptor de este CBU es $[4^66^8]$. Esta jaula se compone de 24 átomos de Si y Al, y 36 átomos de oxígeno, ver figura 4(a). Comúnmente para su mejor percepción visual se unen los *ceH* con líneas, ver figura 4(b), estas representaciones

simplificadas se les denomina “modelo de varillas”, ver figura 4(c). Cada n-anillo que define las caras del poro poliédrico se les llama ventanas, ver figura 4(d). Debido a que los anillos dobles poseen el mismo 6MR que las jaulas sodalita estos CBU’s se pueden conectar entre ellos, ver figura 4(e).

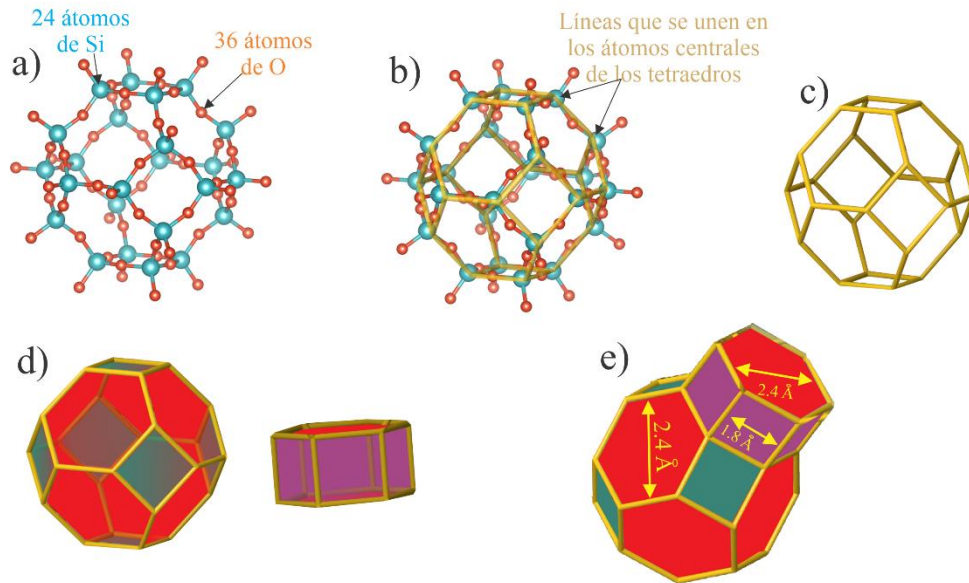


Figura 4. (a) CBU formada con anillos simples. (b) Líneas se unen entre los átomos de Si o Al. Los O quedan en medio. (c) Representación simplificada. (d) En la jaula- β las ventanas de color verde representan los 4 anillos y las de color rojo representan los 6-a

- **Cavidad de la zeolita tipo X**

Como se mencionó anteriormente, las jaulas sodalita pueden compartir algunos 6MR con los anillos dobles, y así generar una secuencia que crean una cavidad denominada super jaula, ver figura 5(a). Esta cavidad es el espacio tridimensional poroso principal de la zeolita X, llega a tener un diámetro $\sim 13 \text{ \AA}$. En esta parte ocurre la mayoría de los procesos catalíticos y de adsorción de moléculas grandes. Geométricamente, se puede describir como una cavidad casi esférica que tiene poros o ventanas de 12-anillos, ver figura 5(b), con diámetro $\sim 7.4 \text{ \AA}$ (Amarasena et al., 2024) (Medeiros Costa, 2019) (Algieri, 2009), esta cavidad se interconecta en tres dimensiones con otras cuatro super jaulas, ver figura 5(c), lo que facilita la difusión de moléculas en la estructura (Algieri, 2009). A su vez, esta cavidad está rodeada por 10 unidades sodalita (Broussard & Shoemaker, 1960).

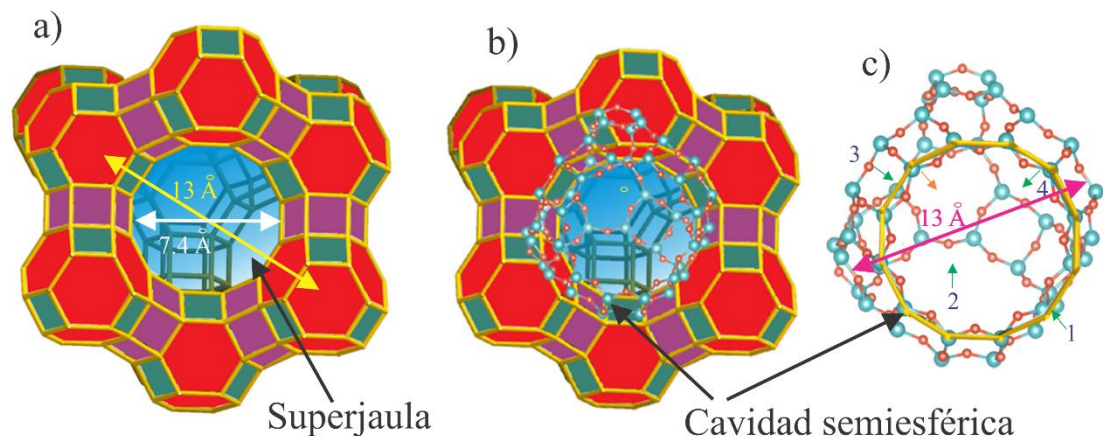


Figura 5. (a) Tamaño interno y externo de la super jaula. (b) Representación sobrepuesta de la estructura atómica. (c) Representación simplificada. Imágenes modificadas por el autor.

- **Distribución de los cationes Na^+ en la zeolita tipo X**

La zeolita X contiene en el extra marco de su estructura entre 77 y 96 cationes por celda (Amarasena et al., 2024). Estudios clásicos como los de Breck establecieron la nomenclatura inicial para los sitios donde se ubican estos cationes, denominándolos los Sitios I, I', II, III y III (Breck, 1974), sin embargo, la nomenclatura ha evolucionado a través de los años, por ejemplo, lo que originalmente se agrupaba como SIII actualmente se subdivide en SIII, SIII' y SIII'b, incluso, en algunos artículos también se puede encontrar la nomenclatura Na1, Na2, Na3, Na4 y Na6, que fue propuesta por Olson en 1995 (Olson, 1995). Esta evolución de la nomenclatura se debe a que existe una vasta información sobre estudios relacionados a estos sitios con diferentes métodos, desde los clásicos hasta los actuales, ya que tener conocimiento de estas ubicaciones es un factor determinante para conocer mejor las propiedades fisicoquímicas para las aplicaciones industriales (Frising & Leflaive, 2008).

En zeolitas NaX los cationes Na^+ exhiben una distribución en los sitios SI' (Na2') que son los localizados dentro de las jaulas sodalita, en muestras deshidratadas se llegan a albergar hasta 32 Na^+ coordinándose tetraédricamente con los oxígenos de la estructura. Aunque Breck en 1974 reportó ocupación en el sitio SI de hasta 9 Na^+ (Breck, 1974), estudios recientes con técnicas avanzadas confirman que en condiciones estándar el SI permanece vacante y rara vez está ocupado (Polisi et al., 2019) (Abrioux et al., 2009). El sitio SII (Na3) se ubica en el centro de los anillos 6MR que conectan a las jaulas sodalita con las super jaulas,

estos sitios son clave para la adsorción de moléculas polares como CO_2 o H_2O . El sitio SIII se ubica dentro de la super jaula frente a los 4MR que pertenecen a la jaula sodalita. El sitio III' b (Na6) aparece adyacente a los 6MR, ver figura 6 (Amarasena et al., 2024) (Polisi et al., 2019) (Frising & Leflaive, 2008).

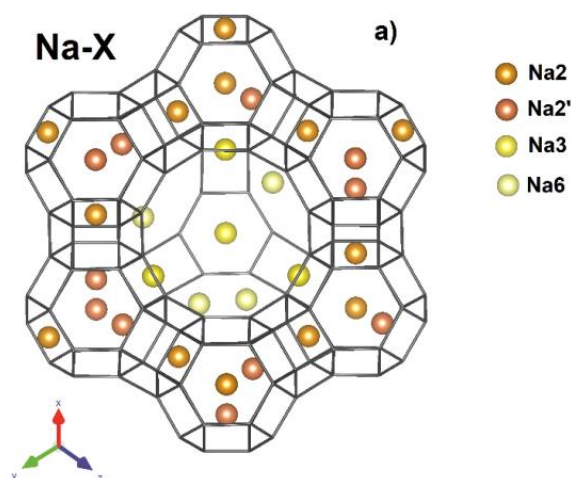


Figura 6. Imagen extraída del artículo “CO₂ Adsorption/Desorption in FAU Zeolite Nanocrystals: In Situ Synchrotron X-ray Powder Diffraction and in Situ Fourier Transform Infrared Spectroscopic Study” de Polisi et al. [105]

- **Aplicaciones de la zeolita tipo X**

Debido a que su relación de Si/Al se encuentra en un rango de 1.0 a 1.5, tiene más sitios $Al - H_2O$ lo que hace que tenga una alta densidad en sitios ácidos Brønsted, aunque muchos están ocupados por los Na^+ . Estos hallazgos se han determinado por simulaciones por computadora (DFT) donde concluyen que a baja relación Si/Al son más ácidas, mientras que a alta relación Si/Al son más hidrofóbicas y por ende menos ácidas (Jarrin et al., 2023). Además, por su relación Si/Al existen más cargas negativas, por lo que se requieren una mayor cantidad de cationes para compensar. Por estas razones, sus aplicaciones son en adsorción y separación de gases como el CO_2 (Komvokis et al., 2016), captura de metales pesados. Sin embargo, cuando se intercambia con iones NH_4^+ y se calcina se activan sitios ácidos fuertes, es decir, sitios H^+ se puede aplicar en catálisis básica (Jarrin et al., 2023).

3.3 Otras variantes de la familia FAU.

- **Zeolita Y**

Tiene la misma estructura que la zeolita X, con el mismo tamaño de cavidades y poros, sin embargo, la diferencia radica en su composición química, pues la zeolita Y tiene una relación Si/Al con un valor de entre 1.5 – 3 (Komvokis et al., 2016), lo que ocasiona que su razón Si: Al en los arreglos sean de 2:1, ver figura 7 (Dempsey et al., 1969). A diferencia de la zeolita X, la zeolita Y contiene una menor cantidad de Al, lo que ocasiona que sea más estable térmicamente, hidrofóbica y con una resistencia mayor a la dealuminación (Jarrin et al., 2023). Por estas razones, es usada en aplicaciones de catalizadores de craqueo catalítico (Komvokis et al., 2016) como posible candidato para convertidor de biomasa (Ennaert et al., 2016), y en reciclaje de plásticos (Martín et al., 117).

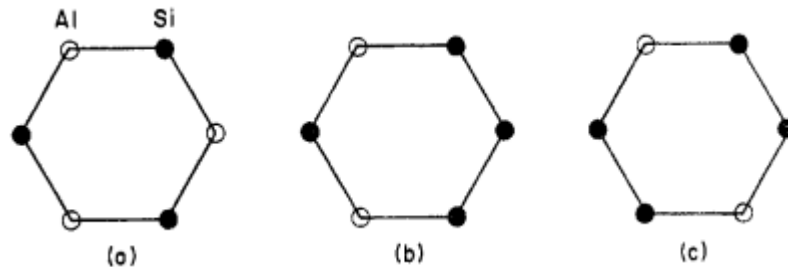


Figura 7. Razones Si:Al en la zeolita X (a), y zeolitas tipo Y (b y c). Imagen extraída del artículo “Variation of the lattice parameter with aluminum content in synthetic sodium faujasites. Evidence for ordering of the framework ions” [115]

- **Zeolita USY**

Otra zeolita que pertenece a la familia FAU, es la zeolita tipo USY (Ultra estable Y), esta tiene las mismas características estructurales que la X y la Y con la diferencia que su relación Si/Al > 5. Esta es creada a partir de la zeolita Y mediante un proceso que implica una dealuminación controlada seguida de un tratamiento térmico con vapor entre 500°C y 800°C, este vapor elimina parte del aluminio del marco de la estructura, creando defectos que se reparan reinsertando silicio lo que estabiliza la estructura y aumenta la relación Si/Al. Todo este proceso hace que se generen mesoporos que mejora la difusión permitiendo el acceso a moléculas más grandes, así mismo, se genera una distribución de sitios ácidos más controlada, aspectos que la hacen más eficiente como catalizador, ya que, puede convertir

moléculas grandes de petróleo en productos más ligeros como gasolina, diésel y gases ligeros, además de que su alta estabilidad la hace ideal para las condiciones extremas de temperatura y vapor que son usados en las unidades de craqueo (Komvokis et al., 2016).

- **Zeolita LSX**

Zeolita baja en sílice, denominada LSX, por sus siglas en inglés de Low Silica X. Esta contiene una relación Si/Al de 1.0 (Frising & Leflaive, 2008), esta relación representa el límite de la regla de Loewenstein la cual prohíbe enlaces Al-O-Al (Gómez et al., 2022). Una variante de este tipo de zeolita es la NiLSX, la cual, es especialmente usada para separar nitrógeno del aire, una aplicación práctica llega a ser en la producción de oxígeno médico. En este estudio, han reportado que hasta el 70% de Li^+ ocupan solo los sitios SI' y SII (Feuerstein, et al., 1998). Otra variante dentro de este tipo de zeolita son las MLSX, es decir, la zeolita X de baja sílice mesoporosa, la cual es una zeolita jerargica, pues, no solo contiene sus microporos sino también mesoporos, lo que ocasiona que sea una zeolita mejorada con alta actividad catalítica que puede realizar el 100% de conversión de ácido oleico (aceite vegetal) en hidrocarburos para aviación sostenible (Gómez et al., 2022).

- **H-FAU**

Es una versión ácida de la zeolita X, donde los cationes Na^+ se reemplazan por H^+ mediante intercambio con NH_4^+ y calcinación. Esto crea grupos -OH con propiedades ácidas útiles en catálisis (Olson, 1969).

- **Zeolita DX**

Otra variante que se utiliza para estudiar acidez y dinámica de hidroxilos es la zeolita en forma protonada (H^+) o deuterada (D^+) con relación Si/Al = 1 (Błoński et al., 2015).

- **Linde Sieve X**

Igual conocida como la tipo R. Barrer la sintetizó en 1959, la registró con una composición química de $Na_2Al_2Si_{2.4}O_{8.8} \cdot 6.7 H_2O$, sin embargo, también obtuvo otra muestra con más silicio, la cual tuvo una composición química de $Na_2Al_2Si_{3.3}O_{8.8} \cdot 7 H_2O$. Sus cristales tuvieron un tamaño de aproximadamente de $1\mu m$ e isotrópicos. Con una celda

unitaria FCC con dimensiones de 24.96 Å y un grupo espacial Fd-3m (227). Con una porosidad alta debido a que se considera que tiene grandes canales (Barrer et al., 1959).

- **Zeolita X deshidratada**

La hidratación en la zeolita es clave, pues su remoción redistribuye de los sitios los cationes, y esto tiene como consecuencia impacto en aplicaciones como catalizadores o tamices moleculares. Mortier reporta que al exponer la zeolita X a 300°C y a bajo vacío se logra obtener la zeolita X deshidratada, esta obtiene la propiedad de aumentar la ocupación de los sitios internos ya que el agua no compite por el espacio (Mortier et al., 1972), incluso los cationes se pueden ubicar donde la energía electrostática es mínima, por ejemplo, en el centro de los prismas hexagonales (Frising & Leflaive, 2008).

4 ESTADO DEL ARTE

La síntesis de zeolita X a partir de caolín ha sido ampliamente documentada en la literatura, empleando diversos métodos y tipos de precursores (Abdullahi et al., 2017; Otieno et al., 2021; Pasabeyoglu et al., 2023; Bilgiç et al., 2025; Solefack Feudjio et al., 2025; Pasabeyoglu & Akata, 2025). No obstante, el propósito de esta sección no es realizar una revisión exhaustiva de todas estas rutas, sino presentar un análisis específico de los trabajos que han abordado dicha síntesis mediante el método de fusión alcalina.

4.1 Síntesis de zeolitas X realizadas con fusión alcalina que obtuvieron zeolita X pura

El método reportado por Yunan Ma y compañía (Ma et al., 2014) incorporó un pretratamiento mecánico del caolín que consistió en trituración, secado al aire y un proceso de clasificación por tamaño de partícula para obtener un diámetro promedio de $8.3 \mu\text{m}$. La mezcla para la fusión alcalina se preparó con una relación másica 1:2, caolín:álcali, respectivamente, y se fundió a $200 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 4 h. Posteriormente, el producto fundido se molió; a 10 g del sólido molido se añadieron 75 mL de agua y la suspensión se agitó a 800 rpm y $50 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 2 h. La cristalización se llevó a cabo a $90 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 8 h con agitación de 300 rpm.

El procedimiento descrito por Giorgio Celoria (Celoria et al., 2024) empleó un sistema ternario compuesto por caolinita, Na_2SiO_3 y NaOH, lo que implicó la adición de una fuente externa de silicio (Na_2SiO_3). Para la fusión alcalina, se mezclaron 0.97 g de Na_2SiO_3 , 2 g de caolinita y 4 g de NaOH. La mezcla se sometió a tratamiento térmico a $200 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 4 h. A continuación, el sólido fundido se molió y el polvo resultante se dispersó en 46 mL de agua desionizada dentro de un matraz de fondo redondo de 100 mL, manteniéndose en agitación a $50 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 2 h mediante un baño termostático. La suspensión se transfirió a un autoclave de acero con vaso de PTFE (teflón) de 100 mL para realizar el tratamiento hidrotermal a $90 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 17 h. El producto sólido se recuperó por filtración Büchner, se lavó hasta alcanzar pH neutro y se secó a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ durante toda la noche.

El protocolo de Bilgiç (Bilgiç et al., 2025) incluyó una etapa de clasificación granulométrica para obtener partículas de caolín entre 35 y 50 μm . A continuación, el caolín se calcinó a 800 °C durante 2 h para su deshidroxilación y transformación en metacaolinita, seguido de un tratamiento de lixiviación ácida con HCl al 10 % para eliminar impurezas. Aunque los autores no especificaron las condiciones de tiempo y temperatura para la fusión alcalina, posteriormente realizaron un envejecimiento del gel durante 24 h a temperatura ambiente con una relación sólido/líquido de 1:10. Después del envejecimiento, la muestra se trató en un baño de agua con ultrasonidos (240 W, 35 kHz) durante 1 h. El gel resultante se sometió a cristalización durante 24 h. El material se lavó con agua destilada hasta pH inferior a 10 y se secó a 105 °C durante una noche.

El trabajo de Victor Peter Maciver (Maciver et al., 2020) requirió una calcinación inicial a 850 °C durante 6 h para transformar el caolín en metacaolín, seguida de un proceso de desaluminización con ácido sulfúrico para lixiviar la alúmina de la estructura, con el objetivo de ajustar la relación molar sílice/alúmina a la requerida para la zeolita deseada. A partir del metacaolín desaluminizado y una solución de hidróxido de sodio se preparó un gel, que se envejeció durante 7 días a temperatura ambiente en un recipiente de polipropileno. Posteriormente, el gel se calentó en un horno de microondas a 100 °C durante 6 h. Tras la síntesis, la muestra se filtró y secó.

4.2 Síntesis de zeolitas X realizadas con fusión alcalina que obtuvieron zeolita X con otras fases

Olaremu ha contribuido con dos estudios relevantes sobre la síntesis de zeolita a partir de caolín. En su primer trabajo (Olaremu et al. 2018), el autor obtuvo una mezcla de fases cristalinas que incluyó zeolita X, zeolita Y, fase P e hidroxisodalita, mediante un procedimiento complejo. El proceso comenzó con el secado del caolín a 120 °C para eliminar materia volátil, seguido de calcinación a 600 °C para obtener metacaolín. A continuación, 20 g de caolín se sometieron a desaluminación con 250 mL de H_2SO_4 2 M, bajo agitación magnética constante a 80 °C durante 4 h. El sólido resultante se separó por filtración y se secó a 80 °C durante 12 h. Una vez seco, el material se mezcló con NaOH en una relación

másica 1:1,2 (equivalente a 24 g de NaOH) y la mezcla se sometió a molienda de bolas a 300 rpm durante 30 min para garantizar su homogeneidad antes de la fusión. La fusión alcalina se realizó a 550 °C durante 20 min. El producto fundido se mezcló con 150 mL de agua destilada y se sometió a un proceso de curado (agitación a temperatura ambiente) durante 24 h. Posteriormente, la mezcla se mantuvo en reflujo a 100 °C durante 3 h. Finalmente, el sólido se filtró, se lavó diez veces con agua destilada y se secó en estufa a 80 °C durante toda la noche.

En su segundo estudio (Olaremu & Adeola, 2018), Olaremu reportó la formación de Faujasita (posiblemente zeolita X o Y) junto con fases secundarias como Anatasa, Cuarzo y trazas de hidroxisodalita. Este resultado es especialmente significativo porque, a pesar de incluir etapas adicionales como secado a 120°C, calcinación a 550°C y desaluminación con H_2SO_4 2M a 80°C, no logró obtener una fase pura de zeolita X.

Por su parte, Ali Mohammed Salih (Salih et al., 2019) reportó la síntesis de zeolita Na-LSX con trazas de sodalita como impureza. El caolín, utilizado como fuente de aluminosilicato, se preparó previamente: se pulverizó manualmente en un mortero de porcelana y se tamizó con tamices de laboratorio para suelos, seleccionándose la fracción con tamaño de partícula entre 75 y 125 μ m. El polvo de caolín así obtenido se mezcló manualmente con NaOH en una relación másica 1:1,2 y la mezcla se mantuvo en reposo durante 40 min a temperatura ambiente. Posteriormente, la mezcla se calcinó a 600 °C durante 1 h para transformar el caolín en metacaolín. El producto sólido fundido se pulverizó nuevamente en un mortero de porcelana. A continuación, 5 g del metacaolín se pusieron en contacto con 25 mL de agua destilada (relación 1:5) durante 15 min a temperatura ambiente. La reacción hidrotermal se llevó a cabo en un autoclave de acero inoxidable con revestimiento de teflón, calentado en estufa a 200 °C durante 24 h. Transcurrido este tiempo, los reactores se retiraron de la estufa y se enfriaron con agua para detener la reacción

5 METODOLOGÍA.

5.1 Diseño experimental y enfoque general.

La obtención de la zeolita tipo X a partir de caolín de baja calidad requirió un enfoque multietapa que integró desde la selección y caracterización fisicoquímica de las materias primas de los lotes 1 y 2 que se utilizaron como precursores, una primer etapas exploratoria que consistió en realizar pruebas con los precursores del lote 1, una segunda etapa exploratoria que consistió en modificar los parámetros de relación caolín:NaOH y energía térmica, construcción del reactor especialmente diseñado, hasta lograr la síntesis de la zeolita tipo X, un proceso de repetibilidad, para así después, una vez validados los parámetros experimentales y haber verificado que el experimento sea repetible, se realizó el estudio de los mecanismos de transformación, y por último una última etapa que incluyen pruebas para la optimización del proceso, ver figura8.

5.2 Selección y evaluación de materias primas del lote 1 para precursores.

La literatura reporta que, pese a su larga trayectoria, la síntesis zeolitas aún enfrenta algunos desafíos de sostenibilidad, entre los que destacan, el uso de precursores costosos, generación de subproductos contaminantes y un elevado consumo energético. Por estas razones, en las últimas décadas ha sido tendencia en la investigación científica buscar desde nuevos métodos de síntesis hasta nuevas materias primas que sean económicas. En este contexto, el caolín ha surgido como una nueva alternativa prometedora como precursor para la síntesis de zeolitas, debido a que es un recurso natural económico (Abdullahi et al., 2017) (Khaleque et al., 2020)

Además de ser rentable, el caolín, bajo las condiciones y métodos adecuados ha resultado ser un buen candidato para realizar procesos de síntesis de zeolitas. Esta potencialidad, ha motivado un creciente interés generando un gran campo de estudio en estas dos últimas décadas para la síntesis de diferentes zeolitas (Johnson & Arshhad, 2014) (He et al., 2021) (Feng et al., 2023).

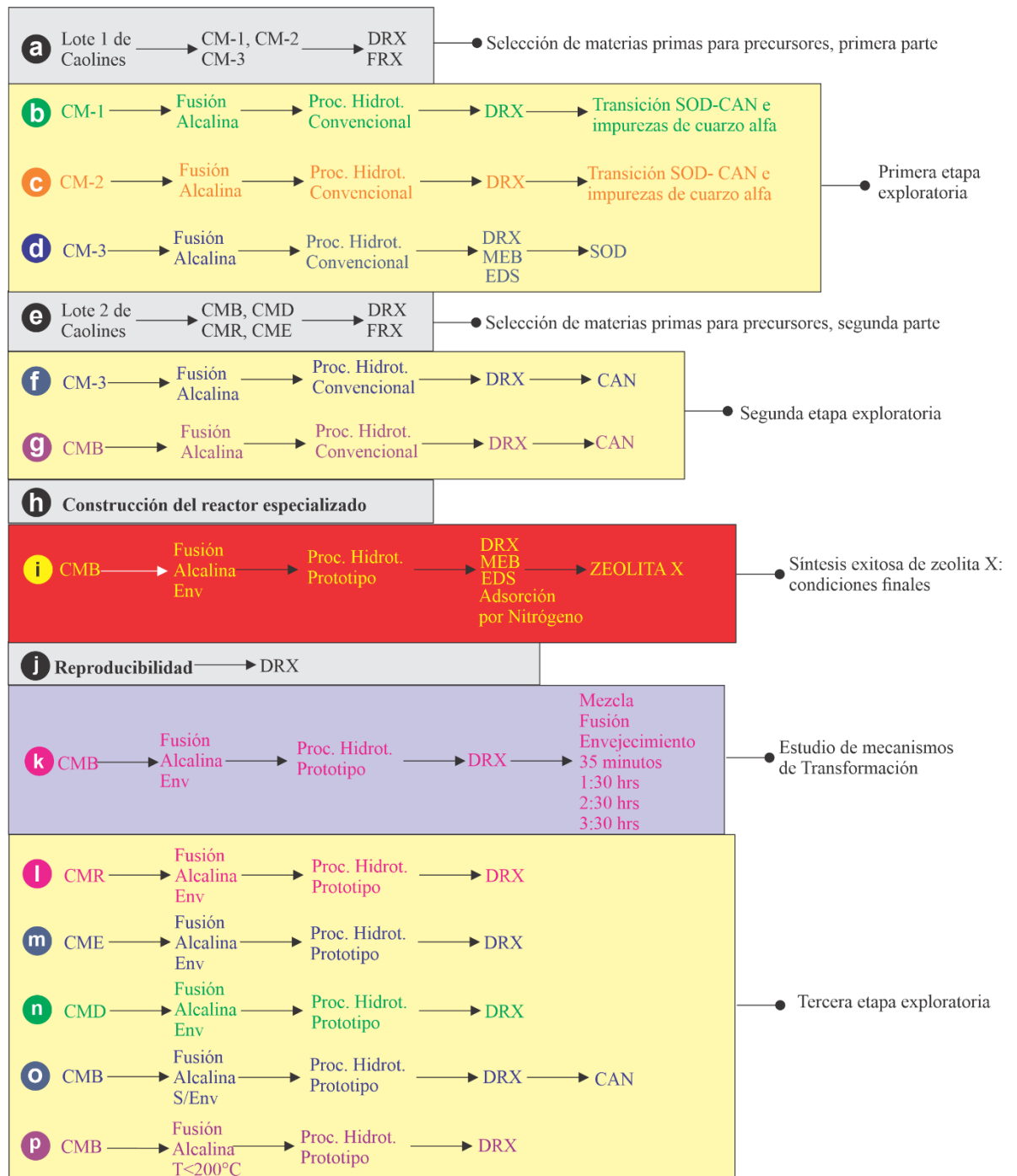


Figura 8. Esquema general del proceso experimental, cada etapa experimental se distingue por un color diferente.

Diferentes trabajos de investigación en diferentes partes del globo, han mostrado que la composición química del caolín lo hace adecuado como material de partida para la síntesis de zeolitas (Feng et al., 2023). Por mencionar algunas síntesis de zeolitas que se han reportado usando como precursor el caolín son, la zeolita Gismondina (Ibarra-Cruz, et al.,

2021) Na-A (Lim et al., 2021) (Chen et al., 2023), 4A (Kamgang Djioko, 2024), zeolita A (Gougazeh & Buhl, 2014) ZSM-5 (Aliyu et al., 2023) y NaY (Vasconcelos *et al.*, 2025)

Además, es un excelente candidato para la síntesis de la zeolita X, esta hipótesis ha sido respaldada por trabajos como los realizados por Ceyda Bilgiç (Bilgiç et al., 2025), Otieno (Otieno et al., 2021), Pasabeyoglu (Pasabeyoglu et al., 2023) (Pasabeyoglu & Akata, 2025), Solefack (Solefack et al., 2025).

El caolín, además de ser un buen candidato para la síntesis de la zeolita X, es un feldespato ampliamente distribuido en el país (Secretaría de Economía, 2022) (García-Hernández et al., 2022). Por estas razones, fue seleccionado como materia prima precursora para esta investigación, ya que cumple con tener una viabilidad económica, sostenible y técnica. La empresa Moliendas Beycar S. de R.L. de C.V, ubicada en el municipio de Metepec, estado de Hidalgo, nos proporcionó un primer lote de tres muestras de caolín, los cuales se denominaron CM1, CM2 y CM3. Cada muestra fue caracterizada mediante Difracción de Rayos X (DRX) para identificar las fases cristalinas presentes. Así mismo, a cada muestra se le realizó un análisis por fluorescencia de rayos X (FRX) para cuantificar su composición elemental, ver figura 8(a).

5.3 Primera etapa exploratoria: Selección y evaluación de método de síntesis.

La literatura respalda que el método de fusión alcalina presenta mayores ventajas en comparación al método hidrotermal convencional en la síntesis de zeolitas. Entre las ventajas que ofrece están, producir zeolitas con mayor cristalinidad, rapidez en la etapa de preparación del precursor y reducción de pasos intermedios como lavados ácidos o separaciones físicas (Ayele et al., 2016). Asimismo, este método se ha posicionado como una alternativa eficiente a procesos que requieren mayor temperatura, los cuales, requieren tratamientos térmicos intensivos para generar materiales amorfos activos (Tang et al., 2022). Por estos motivos, se optó por emplear el método de fusión alcalina en las pruebas preliminares. Para esto, se utilizó hidróxido de sodio (NaOH) de la marca Macron Fine Chemicals con pureza de 98%, como agente activador alcalino, con el fin de descomponer los materiales ricos en sílice y aluminio, que en esta etapa serán las tres variedades de caolín CM1, CM2 y CM3.

El proceso inició con la homogeneización manual de cada caolín, CM1, CM2 y CM3, con NaOH en una relación másica 1:2. Se utilizó un mortero de ágata para evitar contaminaciones. Las mezclas resultantes se identificaron como N4, N5 y N9, respectivamente. Después se colocaron en crisoles de porcelana por separado para someterse a una fusión alcalina. Cada producto fusionado se sometió a un tratamiento hidrotermal en autoclave con revestimiento de teflón cubierto con una chaqueta aislante en la parrilla calefactora. Los productos obtenidos se lavaron con agua destilada hasta pH 7 y se secaron a 90 °C por 24 h para llevarse a DRX, Figura 8(b), 8(c), 8(d).

5.4 Selección y evaluación de materias primas del lote 2 para precursores.

La empresa Moliendas Beycar S. de R.L. de C.V, mencionada anteriormente en el apartado 4.2., nos proporcionó otro segundo lote, pero ahora de cuatro muestras de caolín, los cuales se denominaron CMR, CME, CMB y CMD, por sus siglas de, Caolín Molienda Rosa, Caolín Molienda Estándar, Caolín Molienda Blanco y Caolín Molienda Desperdicio, respectivamente. Cada muestra fue caracterizada mediante DRX para identificar las fases cristalinas presentes. Así mismo, a cada muestra se le realizó un análisis por FRX para cuantificar su composición elemental, ver figura 8(e).

5.5 Segunda etapa exploratoria: análisis de variables críticas.

Después de analizar los productos obtenidos en la primera etapa exploratoria, cuyo resultado de uno fue exitoso, aunque no fue el esperado (zeolita X), y tras tener nuevas muestras de materias primas, se implementó una segunda ronda experimental utilizando como precursor los caolines CM3 y CMB.

En esta etapa, los procedimientos experimentales fueron de la siguiente manera:

La homogeneización manual se hizo con una relación másica 1:3.5. Las mezclas resultantes se identificaron como DIE10 y DIE 11, para CM3 y CMB, respectivamente.

Después se colocaron en un crisol de porcelana para someterse a una fusión alcalina en mufla. Cada producto fusionado se sometió al tratamiento hidrotermal en la parrilla calefactora. El producto obtenido se lavó con agua destilada hasta pH 7 y se secó a 90 °C por 24 h para llevarse a DRX, ver figura 1(f) y 1(g).

5.6 Construcción del reactor especialmente diseñado.

5.6.1 Propósito del reactor especialmente diseñado.

Durante las etapas experimentales que se han explicado hasta el momento, se identificaron problemas en el sistema convencional de síntesis hidrotermal empleado, es decir, en la parrilla calefactora y la cubierta hecha con una chaqueta aislante de la autoclave estándar, los cuales, de acuerdo a los análisis realizados a las experimentaciones se determinó que afectaban la reproducibilidad del proceso.

Uno de los problemas detectado fue el de la homogeneidad térmica sobre la superficie de la parrilla calefactora, lo que ocasionaba una variabilidad en los productos según la posición de las autoclaves. Otro problema de homogeneidad térmica, se encontró en el uso de las chaquetas aislantes, pues no estaban estandarizadas lo que permitía pérdidas de calor diferenciales. Aunado a esto, existía la limitación en el control del parámetro de temperatura, pues la temperatura interna de la solución precursora solo podía inferirse indirectamente mediante las mediciones superficiales de la parrilla.

Estos factores problema motivaron a la invención y creación de un prototipo, ver figura 8(h), que cubriera la necesidad de monitorear con precisión la temperatura interna de la solución precursora de zeolitas durante el proceso de síntesis hidrotermal, para contar con datos precisos y poder realizar con mayor precisión los estudios de transformación de fases. Así mismo, que el sistema cumpla con un control térmico para su reproducibilidad, el cual se logró con su diseño hermético a base de glicerina. Estas mejoras se explican a continuación:

1.- Precisión en la medición térmica interna.

A diferencia de las autoclaves convencionales, donde la temperatura reportada corresponde a la del entorno, en este caso la parrilla calefactora, este prototipo integra sensores calibrados directamente en contacto con la solución, permitiendo registrar la temperatura interna exacta de la solución en tiempo real. Esto es crucial para correlacionar parámetros térmicos internos con transformaciones de fase durante determinados tiempos para conectar datos experimentales con mecanismos de cristalización.

2.- Escalabilidad y repetibilidad.

El diseño del prototipo se orientó hacia el uso de componentes sencillos, de fácil adquisición y bajo costo, con el propósito de establecer una base metodológica que permita su escalamiento en un futuro. Para ello, se emplearon componentes tanto convencionales disponibles en un laboratorio estándar como componentes de fácil adquisición.

Entre los componentes convencionales que se encuentran en un laboratorio son:

- Vaso de precipitado
- Parrilla de calentamiento
- Soportes universales
- Pinzas de tres dedos
- Laptop.

Así mismo, con componentes extras que son de fácil adquisición como:

- Frasco de vidrio hermético
- Glicerina
- Termopares
- Controlador PID

La medición de la temperatura interna de sistema representa un parámetro fundamental para garantizar la calidad de la reacción sin comprometer su desarrollo. Este dato sentará las bases para escalar el proceso, ya que el conocimiento preciso de las condiciones térmicas durante la síntesis resulta esencial para seleccionar materiales constructivos adecuados que resistan la temperatura operativa y minimicen las interacciones

indeseadas con la solución reactiva. Lo que puede especificar el rango requerido para los sensores industriales.

Para el desarrollo del sistema, se adoptó el principio de sistema hidrotermal como método base. Esta elección se fundamenta en que, a pesar de que actualmente existen diversos métodos para la síntesis de zeolitas, el método de síntesis hidrotermal, iniciado por Barrer en 1948, sigue siendo el método estándar, esto debido a su simplicidad operativa [9]. Este método se realiza en recipientes sellados como, botellas de poli propeno, autoclaves con revestimiento de PTFE o autoclaves de acero con revestimiento de teflón, este último como el usado hasta este punto de la investigación. Es importante resaltar que el grado de llenado en este tipo de método de síntesis debe mantenerse entre el 50% y 75% de llenado (Yu, 2007).

5.6.2 Descripción y diagrama esquemático.

Este prototipo, ver figura 9, creado por el autor de esta tesis Mtro. Damián Díaz Guzmán, en colaboración con: el Dr. Felipe Legorreta García, Mtra. Nelly Karina Pérez González, Dr. Edgar Arturo Urbiola Chávez y Dr. Eduardo Villanueva Trujillo, innova al integrar sensores de temperatura internos acoplados a un sistema de control PID, garantizando mediciones exactas ($\pm 0.3^{\circ}\text{C}$) y reproducibilidad. Su diseño sencillo y su bajo costo, $\sim \$777.00$ pesos mexicanos, esto considerando que se cuenta con instrumentos comunes que se tienen en un laboratorio estándar, lo hacen accesible para laboratorios con infraestructura limitada, mientras que los datos generados facilitan no solo las bases para el escalado industrial al identificar condiciones térmicas óptimas, sino que son datos primordiales para comprender con exactitud el mecanismo de transformación cristalina.

El prototipo consiste en un sistema cerrado y termorregulado que es un frasco sellado herméticamente, ver figura 9(2), el cual, funge como reactor hermético ya que en él se coloca la solución, ver figura 8(1), que hará reacción por medio de una temperatura recibida por una parrilla calefactora, figura 8(8).

En el interior del reactor hermético se conectan dos sensores que hacen contacto con la solución, estos van sujetos a dos pinzas para sujetar tubos de ensayo, ver figura 8(10) y figura 8(11), los cuales están colocados en dos soportes universales, figura 8 (12) y figura

(13). El primer sensor, denominado S1, ver figura 8(4), tiene la función de registrar la temperatura interna exacta de la solución en tiempo real. Este, se encuentra conectado a un multímetro digital con interfaz de adquisición de datos, figura 8(16). Este transmite las lecturas en tiempo real a una computadora mediante un software de registro propio del multímetro, ver figura 8(19).

El segundo sensor que se encuentra en el interior del reactor hermético, denominado S2, figura 8(3), es un termopar conectado directamente a un controlador PID (Proporcional-Integral-Derivativo), figura 8(15), que se encuentra en una base metálica, figura 8(14). Este sensor proporciona retroalimentación en tiempo real al PID para ajustar la potencia de calentamiento y mantener la temperatura interna deseada con una tolerancia de $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$.

Para minimizar las pérdidas de calor y garantizar uniformidad térmica, se implementa un baño térmico en un vaso de precipitado, figura 8(7). En este caso, la glicerina, figura 8(6), actúa como medio pasivo porque tiene una alta capacidad calorífica (2.43 J/gK) lo que le permite absorber y liberar calor gradualmente, amortiguando fluctuaciones bruscas, y esto permite distribuir el calor de manera homogénea alrededor del frasco permitiéndolo actuar como un reactor hermético. Sumergido en la glicerina se encuentra un tercer termopar, denominado S3, figura 8(5), este se encuentra sujeto a una tercera pinza para tubos de ensayo, figura 8(9). Este termopar tiene la finalidad de monitorear y registrar la uniformidad térmica, a través de un sensor y otro dispositivo digital, figura 8(17) y figura (18).

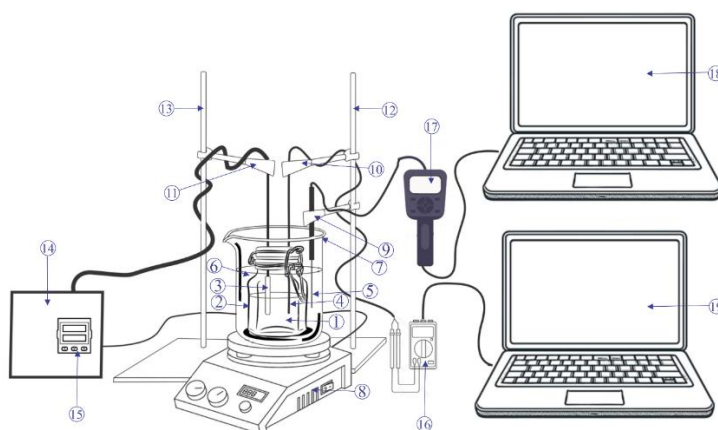


Figura 9. Esquema gráfico del reactor especialmente diseñado, en el cual se muestra cada componente tanto convencional de un laboratorio estándar como componentes extras de fácil adquisición. Esquema realizado por el autor.

5.6.3 Tabla de componentes y especificaciones.

La tabla 1 detalla los componentes del prototipo y su costo estimado. Es necesario hacer mención de que el costo total mostrado en esta tabla considera que todos los componentes son nuevos. Sin embargo, considerando que el 70% de los elementos son equipamiento estándar de laboratorio y las laptops como equipos comunes, la inversión se limita a aproximadamente \$777.00 pesos mexicanos, esto solo considerando la adquisición de el frasco de vidrio, los termopares, la glicerina, el kit de controlador de temperatura PID y el multímetro digital. Esta optimización de recursos hace accesible el sistema a laboratorios con presupuestos reducidos.

Tabla 1. Descripción y costos de los componentes totales para la fabricación del reactor especialmente diseñado. Los componentes con color azul se consideran elementos que no son equipamientos de un laboratorio estándar o de uso común.

No. en figura 8	Componente	Especificaciones	Función	Costo
1	Solución precursora	Elaborada después del método de fusión - alcalina	-----	-----
2	Frasco de vidrio	Frasco transparente con tapa hermética de clip metálico, aprox 270ml, 12x8.5x6.5cm	Reactor hermético	\$ 50.00
3	Termopar	Sonda Termopar tipo K para termostato de temperatura PID	Mantiene la temperatura interna deseada con una tolerancia de $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$	\$90.00
4	Termopar	Termopar tipo K 69413	Registrar la temperatura interna en tiempo real	\$50.00
5, 17	Dispositivo Mobile-CASSY 524 009	Dispositivo de medición multiuso controlado por microprocesador. Los valores medidos son representados en el	Monitorear y registra la uniformidad térmica del baño térmico pasivo.	Opcional

		visualizador del Mobile-CASSY. Estos pueden ser registrados a un PC		
18	Laptop	-----	Registrar datos del dispositivo Mobile CASSY	Opcional
6	Glicerina	Glicerina grado USP (punto de ebullición: 290°C) para altas temperaturas.	Medio pasivo que permite distribuir el calor de manera homogénea alrededor del frasco para que este actúe como un reactor térmico	\$50.00
7	Vaso de precipitado	Capacidad de 1000mL, marca PYREX	Sistema para baño térmico pasivo	\$ 450.00
8	Parrilla de calentamiento digital Thermo Scientific	Alcanza hasta 370°C, con plato cerámico de 11 x 11 cm, 120V 60Hz	Fuente de energía calorífica	\$1,199.00
9, 10, 11	Pinzas de tres puntas (3 piezas)	Con cubiertas de gomas	Sostener cables de termopares para evitar accidentes	\$215.00
12, 13	Soporte universal (2 piezas)	Base lisa de hierro y varilla de acero con 60 cm de longitud, resistente a reactivos químicos.	Sostener cables de termopares para evitar accidentes	\$664.00
14	Base para PID	Base de metal realizada con material reciclado	Base para PID	Opcional
15	Kit de controlador de temperatura PID	Controlador de Temperatura PID con Pantalla Digital AC100-240V con relé de Estado Sólido SSR, Compatible con Termopar K, J, E, N	Ajusta la potencia de calentamiento de la parrilla y mantiene la temperatura interna deseada	\$382.00

16	Multímetro	Multímetro Digital Profesional X18301	Registra la temperatura interna de la solución en tiempo real	\$155.00
17	Laptop	HP	Registra la temperatura interna de la solución en tiempo real	\$ 6,000.00
TOTAL				\$9,305.00

5.7 Síntesis exitosa de zeolita X: Parámetros óptimos experimentales y caracterización.

El protocolo definitivo para la obtención de la zeolita X a partir de caolín (CMB) mediante el prototipo experimental consistió de las siguientes etapas:

- **Mezcla de precursores.** Se homogeneizaron manualmente caolín con NaOH. Se utilizó un mortero de ágata para evitar contaminaciones. La mezcla se identificó como DX.
- **Fusión alcalina.** Esta mezcla se colocó en un crisol de porcelana rectangular extendido, con el fin de maximizar el área de contacto térmico. Se calcinó en un horno.
- **Agitación.** El producto fusionado y se mezcló con agua desionizada bajo agitación constante a temperatura ambiente.
- **Proceso hidrotermal.** Inmediatamente de la agitación, la solución se sometió a un proceso hidrotermal en el prototipo.

El producto obtenido se filtró y lavó con agua destilada hasta pH 7 y se secó a 90 °C por 24 horas. Figura 8(i). Una vez listo se le realizó un primer análisis por DRX en el instituto, para después ser llevado a Francia en donde se le realizaron análisis por DRX, MEB y adsorción de N_2 en Francia. En el instituto de Apan se le realizaron análisis de EDS.

5.8 Validación y repetibilidad del proceso.

Para garantizar la confiabilidad del protocolo definitivo desarrollado para la síntesis de la zeolita X, figura 8(j), se realizó un análisis de repetibilidad mediante la ejecución de nueve replicas independientes siguiendo estrictamente las condiciones experimentales del protocolo establecido en la sección 4.7, de las cuales, 8 se realizaron con CMB y 1 con CM3. Los productos se prepararon para llevarse a DRX. Esta validación del proceso permitió establecer un protocolo confiable para la siguiente fase de investigación que trata sobre el estudio de transformación de fases.

5.9 Estudio de los mecanismos de transformación fases.

Una vez garantizada la repetibilidad del producto, figura 8(j), se prosiguió a tomar las muestras para estudiar la transformación de las fases que ocurre en cada parte del proceso experimental. Estas se tomaron en las siguientes etapas:

- Mezcla
- Después de la fusión
- Después de la agitación
- Al minuto 30 de estar en el prototipo
- Al minuto 90 de estar en el prototipo
- A minuto 150 de estar en el prototipo
- Al minuto 210 de estar en el prototipo

A cada una se le realizó un análisis de DRX en la institución.

5.10 Tercera etapa exploratoria: pruebas de optimización.

Una vez construido y calibrado el prototipo experimental patentado, y garantizada la síntesis de la zeolita X con el protocolo establecido se realizaron pruebas de optimización.

Primeramente, realizando síntesis con los caolines CM3, CMB, CMR, CME y CMD, siguiendo la metodología descrita en el apartado 4.7.

Para la evaluación con CM3, CMR, CME y CMD, los productos obtenidos se denominaron DD3, DD32, DD33 y DD39, respectivamente, ver figura 8(k). Con CMB se realizaron pruebas con modificaciones de los parámetros experimentales, estas fueron: i) reducir la temperatura de fusión y, ii) eliminar el proceso de agitación.

6 ANÁLISIS Y RESULTADOS.

6.1 Técnicas empleadas.

6.1.1 Difracción de Rayos X (DRX).

La identificación de las fases cristalinas presentes en los precursores y en los productos obtenidos se llevó a cabo mediante difracción de rayos X en polvo (DRX). La preparación de cada muestra siguió las recomendaciones establecidas por Pecharsky y Zavalij (Pecharsky & Zavalij, 2008)

Una vez lavada y seca, cada muestra fue pulverizada individualmente en un mortero de ágata, evitando una molienda excesiva por un tiempo prolongado para prevenir la aglomeración de pequeñas partículas. Además, se minimizó el impacto mecánico sobre fragmentos de mayor tamaño para reducir el riesgo por contaminación de pequeñas astillas de ágata. De acuerdo con Pecharsky y Zavalij (Pecharsky & Zavalij, 2008), la calidad del patrón de difracción depende de una parte del número de partículas que contenga la muestra a analizar, el cual está directamente relacionado con su diámetro, es decir, si las partículas se consideran esféricas habrá mayor cantidad de partículas con un diámetro de 10 μ m que partículas con un diámetro de 50 μ m en el mismo volumen. Por esta razón, el polvo obtenido después de la pulverización fue tamizado mediante una malla #200, que tiene una abertura de aproximadamente de 74 μ m, tamaño que se encuentra dentro del rango recomendado por los autores mencionados.

Pecharsky y Zavalij sugieren lavar el tamiz con un disolvente de bajo punto de ebullición para después secarse con un gas a alta presión como nitrógeno o helio. Sin embargo, debido a las limitaciones, en este trabajo se optó por un protocolo alternativo que consistió en una limpieza ultrasónica con agua potable.

Los análisis de DRX se realizaron utilizando tres difractómetros diferentes, dependiendo de la disponibilidad instrumental y los requerimientos específicos de cada muestra:

- **DRX realizados en Francia**

Las muestras DX (sintetizada en el Laboratorio de Tecnología de Cerámicos) y NaX (comprada por importación de China) se analizaron en un difractómetro Bruker D8 Endeavor, equipado con una fuente de radiación $CuK\alpha$ $\lambda = 1.54060$.

- **DRX realizados en CIMAV, Chihuahua**

Las muestras DD32, DD33 y DD39, se analizaron en un difractómetro PANalytical X'Pert PRO-SIEMENS 5000, utilizando igualmente una fuente de $CuK\alpha$.

- **DRX realizados en UAEH.**

Para las muestras restantes, las de los caolines y demás pruebas experimentales, se montaron en soportes de aluminio estándar y se analizaron en un difractómetro Inel Equinox 2000. Este equipo cuenta con un monocromador de germanio, que genera una radiación de $Co K\alpha_1$ $\lambda = 1.789010 \text{ \AA}$. Además, cuenta con un detector curvo de 110 grados, que ofrece una resolución de 0.095 en la unidad de medida de ancho a media altura (FWHM). Se emplearon las siguientes condiciones de operación: 20 mA de corriente, un voltaje de 30 kV y una distancia entre canales de 0.0316 grados por paso, que resultaron satisfactorias para las identificaciones de las fases.

6.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Análisis Elemental de Espectrometría de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS).

Para la caracterización morfológica y el reconocimiento de cristalitas de la muestra DX se utilizó un microscopio electrónico de barrido ubicado en Francia. Para el análisis por mapeo se utilizó un instrumento por espectroscopia de energía dispersiva (EDS) de la casa Oxford Instruments, perteneciente al instituto de Apan, Hidalgo. Del cual solo se tomaron para la muestra DX.

6.1.3 Fluorescencia de Rayos X.

Para conocer la composición química elemental de los precursores naturales, es decir, de las muestras CM1, CM2, CM3, CMB, CMR, CMD y CME, se utilizó un espectrómetro RIGAKU ZSX Primus II, perteneciente al área de Geología de la UNAM. El protocolo de preparación empleado para los elementos mayores fue el método de fusión con una mezcla fluxante compuesta por 50 % de tetraborato de litio ($Li_2B_4O_7$) y 50% de metaborato de lito ($LiBO_2$). Las muestras se sometieron a calcinación a 950°C para determinar la pérdida por calcinación (P x C).

6.1.4 Adsorción por N₂.

Los análisis de adsorción – desorción de N₂ (77K) para la muestra DX y la zeolita NaX, esta última adquirida de China como referencia comparativa, se realizaron en un equipo Micromeritics ASAP 2020, versión 3.04, con número de serie #1029, ubicado en Francia. Las condiciones experimentales fueron las siguientes, para el pretratamiento de las muestras se realizó una desgasificación previa a 150°C durante 11 horas, de las cuales fueron 8 horas en la estación externa y 3 horas en el equipo de análisis. Se utilizó una masa de muestra de 0.0305 g, peso previo a la desgasificación. Los parámetros texturales determinados en ambas muestras fueron el área superficial, el volumen y distribución de poros. Los métodos para determinarlos fueron BET, Langmuir y t-Plot para el área superficial. Para el volumen total de poros se determinó el volumen de microporos por el método t-Plot y el volumen de mesoporos por BJH. La distribución de poros fue adquirida por los métodos BET para el diámetro de poros, BJH para su ancho promedio y DFT para la distribución de volumen de poros.

6.2 Análisis y discusión de los precursores: Identificación de fases y composición química.

El análisis mediante la técnica de DRX permitió identificar las fases cristalinas presentes en los siete precursores naturales de los dos lotes. Lote 1: CM1, CM2 con CM3, y

del lote 2: CMB, CME, CMR con CMD. Los difractogramas se registraron con un tiempo de exposición de 20 minutos, tiempo suficiente para identificar las fases cristalinas existentes (Pecharsky & Zavalij, 2008). Complementariamente, se efectuaron análisis por FRX para conocer la composición química elemental de las muestras.

El análisis cualitativo de las fases minerales en los siete difractogramas se llevó a cabo mediante comparación con la base de datos del International Centre for Diffraction Data (ICDD PDF4), revelando en los siete precursores la presencia de cinco fases cristalinas: caolinita, illita, tridimita, ópalo y cuarzo- α , identificados mediante los números de archivo PDF 00-060-0345, 04-017-0520, 05-001-0489, 00-066-0180 y 01-075-8320, respectivamente. De manera particular, únicamente las muestras CME y CMR presentaron la fase cristalina de magnetita con número de archivo PDF 01-071-6447. Y solo CMR contiene haloisita, identificada con PDF 00-060-1517. Las identificaciones de estas fases cristalinas se presentan en las figuras 10 y 11.

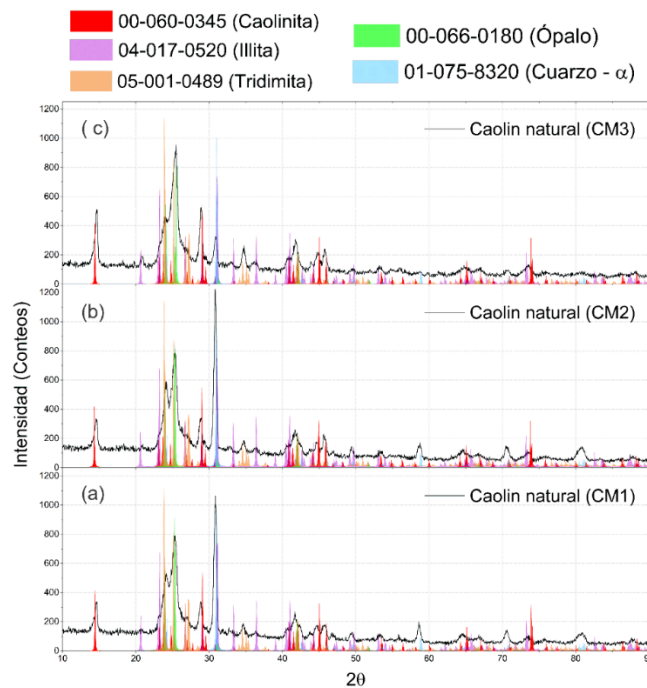


Figura 10. Fases identificadas en los precursores del lote 1: CM1, CM2 y CM3. La fase cristalina de caolinita, de color rojo, presenta ser la fase cristalina principal y predominante. El pico principal del cuarzo- α predomina en CM1 y CM2.

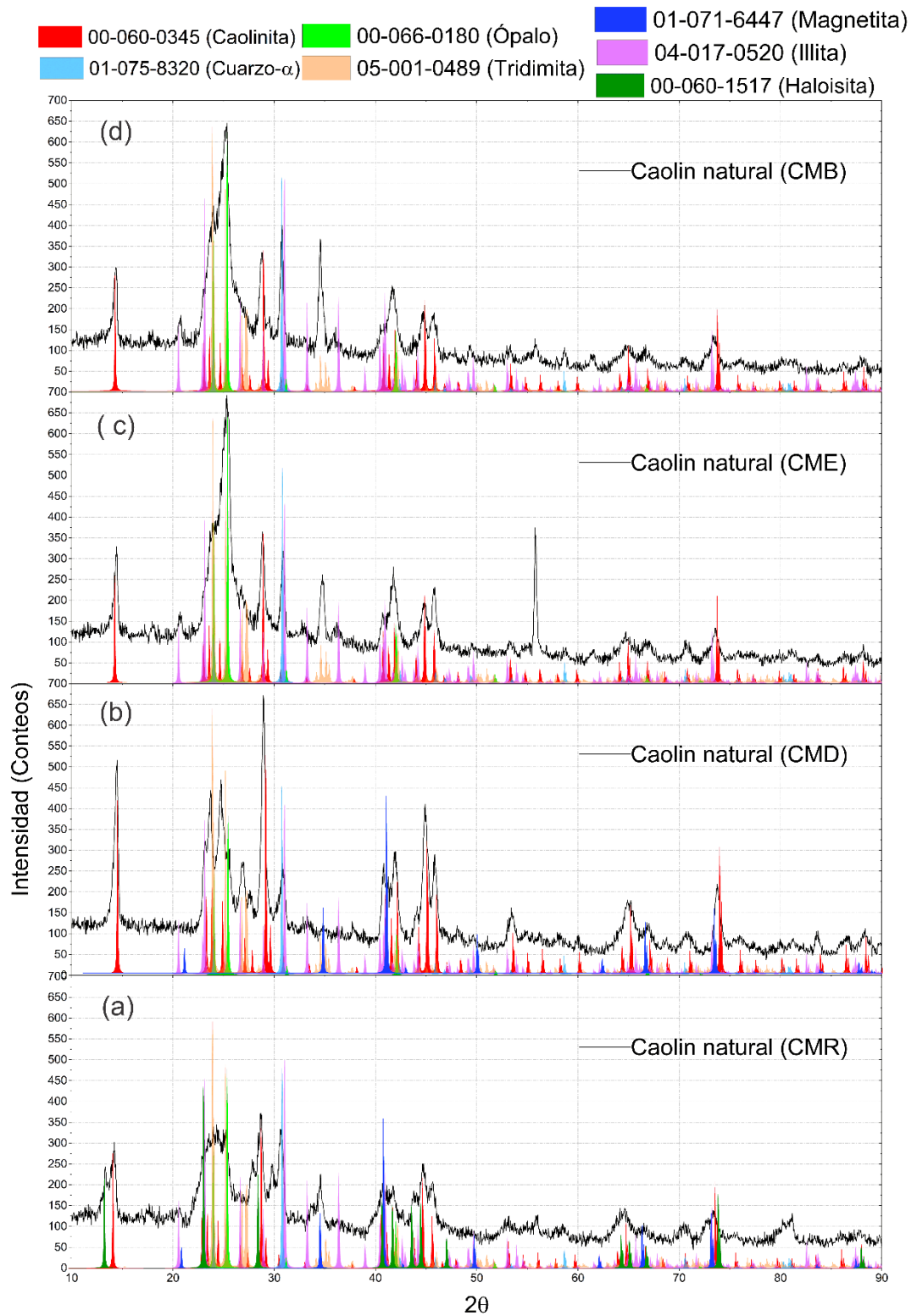


Figura 11. Fases identificadas en los precursores del lote 2: CMR, CMD, CME y CMB. La fase cristalina de caolinita, de color rojo, presenta ser la fase cristalina principal y predominante. CMR y CMD presentan magnetita y haloisita.

La caolinita es un mineral filosilicato perteneciente al grupo mineralógico del caolín (Kloprogge, 2019), mostró en los difractogramas sus principales picos en las posiciones angulares $2\theta \sim 14.42^\circ$ y $\sim 29.07^\circ$. Cabe destacar que los picos ubicados en $2\theta \sim 29.07^\circ$ presentaron solapamiento con las fases de illita y tridimita, ver figuras 10 y 11, lo cual, como se mencionó en secciones anteriores, restringe su empleo para un análisis cuantitativo directo. Por el contrario, los picos en $2\theta \sim 14.42^\circ$ no exhibieron interferencia con otras fases cristalinas, lo que permitió su empleo como referencia confiable para la comparación de intensidades entre los difractogramas. La secuencia de intensidad observada en orden descendente de estos picos fue la siguiente: $CMD > CM3 > CM1 > CM2 > CME > CMB > CMR$, ver figura 12. Siendo las muestras CMD y CM3 con mayor intensidad, mientras que CMB y CMR exhiben una intensidad menor. Además, al comparar estos perfiles con la tarjeta de referencia ICDD PDF correspondiente, se observó que las muestras CMD, CME y CMB, mostraron los mejores ajustes.

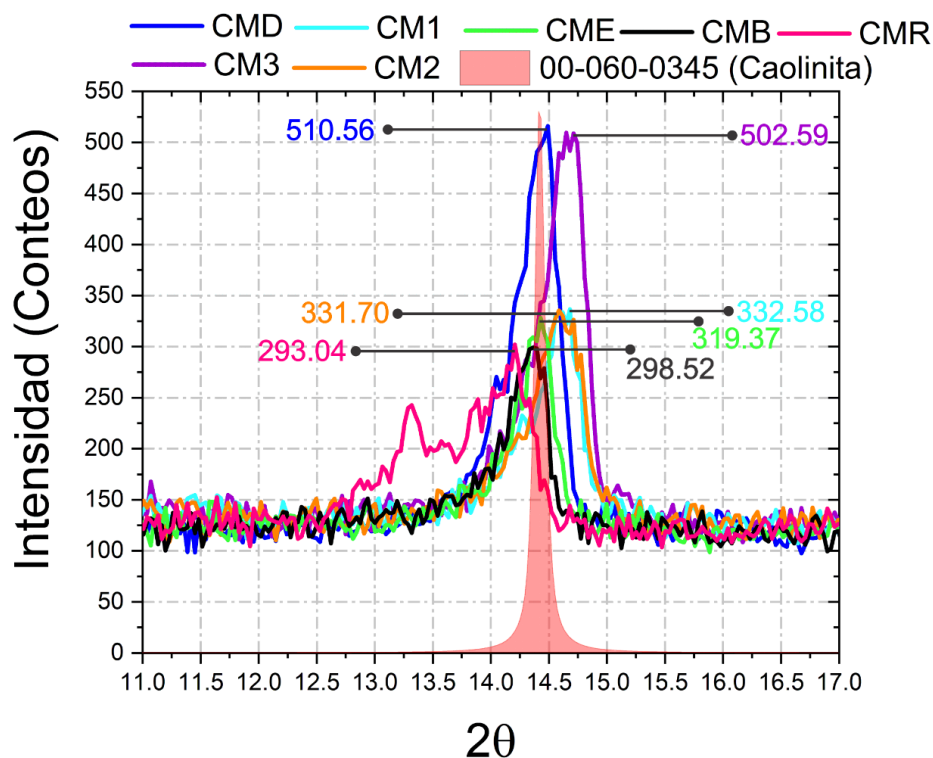


Figura 12. Representación comparativa de los picos principales de la fase de caolinita en cada caolín. El pico de la PDF 00-060-0345 se exhibe con color rojo.

De acuerdo con la estequiometría teórica, el caolín puro presenta una composición porcentual de 46% SiO_2 , 40% Al_2O_3 y 14% H_2O (Dewi et al., 2018). Los resultados de FRX,

presentados en la tabla 2, revelan que la muestra CMD exhibe la composición más cercana a la del caolín ideal, con contenidos de 49.59 % SiO_2 y 34.52% Al_2O_3 . La suma de estos óxidos, $SiO_2 + Al_2O_3 = 84.11\%$, se aproxima al valor teórico de 86%. Así mismo, la pérdida por calcinación de esta muestra fue de 12.48%, valor ligeramente inferior al 14% correspondiente al contenido teórico de agua estructural del caolín puro. Esta aproximación a la composición ideal puede atribuirse a la distribución de las fases cristalinas observadas en el difractograma de la muestra, ver figura 11(b), donde los picos de caolinita se presentan como predominantes en contraste con las demás muestras analizadas, en las cuales, sus picos predominantes corresponden a ópalo o cuarzo. Adicionalmente, los resultados de FRX confirman que los principales componentes en todos los caolines son sílice y alúmina, ver figura 13, y que las concentraciones de otros elementos como el sodio, el calcio, el potasio, fósforo, titanio, hierro, magnesio y manganeso, son muy bajas, lo que indica un elevado grado de pureza de los caolines (Chandrasekhar & Pramada, 2008).

Tabla 2. Valores en % de trazas mayores obtenidos por FRX de los siete precursores naturales

	SiO_2	Al_2O_3	Na_2O	CaO	K_2O	P_2O_5	TiO_2	Fe_2O_3	MnO	MgO	XC
M1	9.82	3.01		.08	.28	.047	.321	.397	.004	.014	.02
M2	8.663	3.423		.062	.362	.052	.303	.332	.003	.021	.78
M3	8.799	9.577	.003	.092	.696	.096	.395	.236	.002	.002	0.1
MB	7.107	9.654	.073	.044	.94	.118	.399	.199	.001	.064	1.4
ME	8.7	9.231	.058	.066	.72	.115	.388	.276	0.001	.048	0.4
MD	9.592	4.519	.006	.069	.044	.14	.976	.784	0.001	.07	2.48
MR	3.55	9.17	.067	.041	.845	.241	.148	.851	0.001	.018	4.07

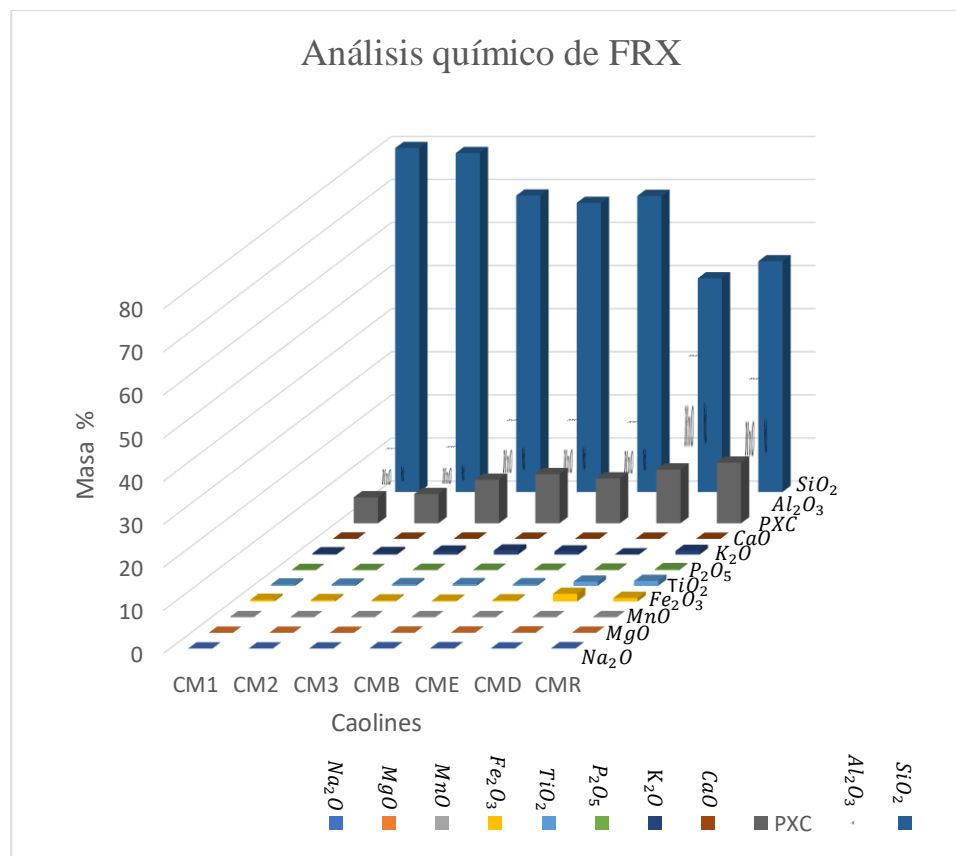


Figura 13. Masa % de los óxidos pertenecientes a los siete caolines, en comparación con los porcentajes del SiO_2 y el Al_2O_3 los demás óxidos son muy pequeños.

Particularmente, en las muestras CMD y CMR, los análisis de DRX evidenciaron la presencia de magnetita, figura 11 (a) y (b). Estudios reportan que este mineral puede presentar sustituciones catiónicas de Ti en su estructura, manteniendo su composición principal de Fe (El Hady et al., 2024) (Wang et al., 2025) (Xu et al., 1997). Esta identificación mineralógica explica los contenidos significativos de 1.784 % de Fe_2O_3 y 0.976 % de TiO_2 en CMD y 0.851 % de Fe_2O_3 y 1.148 % de TiO_2 en CMR, registrados en el análisis químico, tabla 2 y figura 13, valores notablemente superiores a los detectados en las demás muestras. Esta correlación entre composición química y fase mineralógica refuerzan que la presencia de magnetita explica la coloración beige, característica observada en ambas muestras, figura 14, que contrasta marcadamente con el resto de las muestras analizadas. Estas tonalidades pueden atribuirse a la interacción de los óxidos Fe y Ti, un fenómeno documentado en magnetitas con impurezas catiónicas (Wang et al., 2025). Las muestras CM1 CM2, CM3, CMB y CME, contienen un % en masa de Fe_2O_3 y $\text{TiO}_2 < 0.4$ %, por lo que es posible que estos formen parte de la estructura cristalina de la caolinita o se encuentren como óxidos libres (González

& Delcruiz, 2006), por esta razón no afectan en la coloración de estos caolines, esto se corrobora en los difractogramas de las mismas, pues se buscaron fases como hematita o magnetita que son los que afectan en el color, pero no se encontraron.



Figura 14. Color de las muestras del Lote 2.

De manera particular, se identificó haloisita-7 Å en la muestra CMR, figura 11(a), fase mineralógica poco común en depósitos sedimentarios (Kloprogge, 2019). La presencia de esta fase cristalina explica el elevado porcentaje de pérdida por calcinación registrado en esta muestra, 14.07%, tabla 2 y figura 13, valor que supera en $\sim 2 - 4 \%$ a los observados en las muestras CM3, CMB, CMD y CME. Esta diferencia cuantitativa concuerda con el comportamiento térmico característico reportado para la haloisita-7 Å, la cual, aun en su forma deshidratada, conserva moléculas de agua en sus cavidades estructurales que se liberan a temperaturas entre los 400° - 600° C (Kloprogge, 2019).

En contraste, las muestras CM1 y CM2 exhibieron pérdidas por calcinación, significativamente menores, del 6.02% y 6.78 %, respectivamente. Está marcada diferencia se correlaciona con su mayor contenido de cuarzo- α , mineral no hidratado (Guo et al, 2024) evidenciado por la predominancia del pico característico del cuarzo en CM1 y CM2 ubicado en $2\theta \sim 30.84$, ver figuras 10 (a) y (b), y figura 15, sin embargo, la intensidad de este pico igual está influenciada por los picos de caolinita, illita y ópalo, que comparten el mismo espacio.

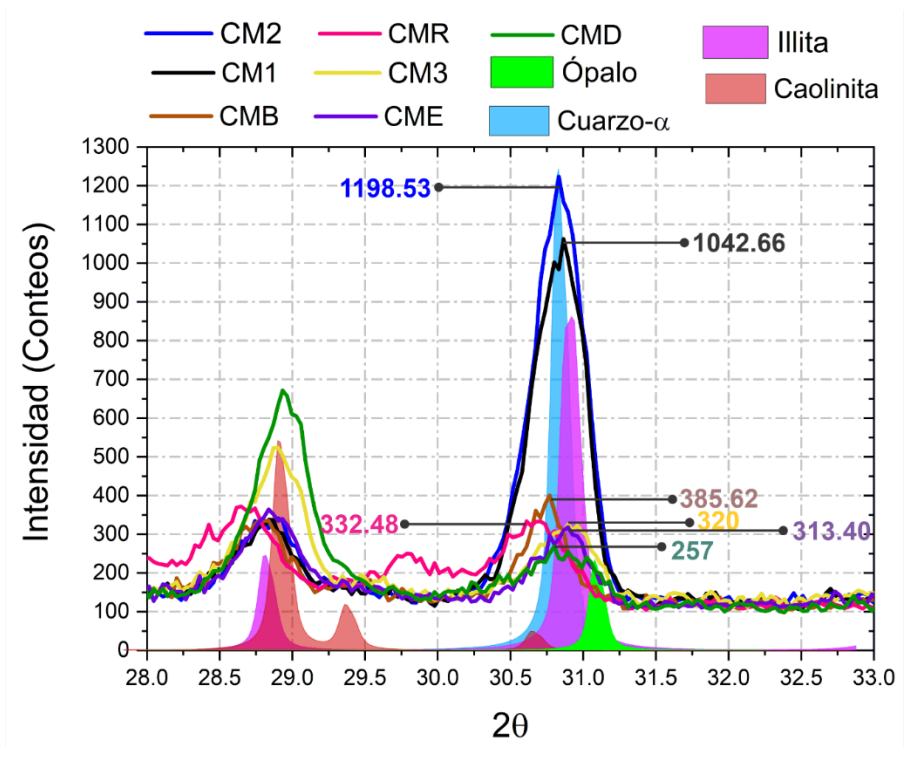
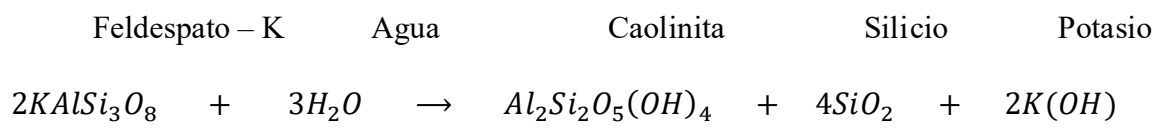


Figura 15. Representación comparativa del pico principal de la fase de cuarzo-α (color azul) en cada caolín. Estos espaciamentos no solo contienen cuarzo-α sino también comparten espacio con otras fases cristalinas: illita, ópalo y caolinita

Los mecanismos de formación de la caolinita implican la alteración hidrotermal o meteórica de los feldespatos potásicos, proceso en el que teóricamente sucede una pérdida total del potasio durante este proceso de transformación, según la reacción química (Klopprogge, 2019):



Sin embargo, los datos de FRX revelan la existencia de K_2O , entre 0.044 - 0.94 % de peso en masa en todas las muestras, tabla 2, lo que indica una lixiviación incompleta del k^+ , esto atribuye la identificación de picos característicos de illita en todos los difractogramas, figuras 10 y 11. El pico perteneciente a la illita, situado en $2\theta \sim 20.39^\circ$ presenta una formación más clara en las muestras con mayor porcentaje de K_2O , porcentaje $>0.6\%$, es decir, en CM3, CMB, CMD y CMR, mientras que, en las demás muestras apenas es visible. La composición química de la illita contiene las impurezas de Na_2O , CaO , y MgO , que

corresponden a los elementos de la tabla 2 (González & Delcruiz, 2006) (Elgamouz et al., 2019) (Supandi et al., 2019).

6.3 Análisis de los productos adquiridos previos a la síntesis de zeolita X.

6.3.1 Efecto del cuarzo en el precursor.

En esta fase experimental, se presentan los resultados y análisis correspondientes a tres ensayos representativos, llevados a cabo bajo condiciones experimentales controladas, se utilizaron caolines naturales denominados CM1, CM2 y CM3, como precursores. Los productos sintetizados se identificaron como N4, N5 y N9, respectivamente

Los difractogramas de los productos N4 y N5, ver figura 16, revelan la coexistencia de tres fases cristalinas: cancrinita (CAN) con ICDD PDF 00-046-1390, sodalita (SOD) con ICDD PDF 01-070-5028 y cuarzo- α residual procedente de su respectivo precursor natural. Los picos ubicados en $2\theta \sim 16.15^\circ, 27.84^\circ, 49.33^\circ, 58.17^\circ, 60.34^\circ, 65.45^\circ, 67.70^\circ, 72.64^\circ, 75^\circ, 81.74^\circ, 83.73^\circ, 86.42^\circ$ y 88.76° comparten el mismo espaciamiento con las fases SOD y CAN, lo cual se atribuye a la similitud estructural entre ambas, sustentada por sus planos cristalinos característicos (Chukanov et al., 2021) (Reyes et al., 2013). Esta coexistencia sugiere un proceso de transformación secuencial, en el que la SOD actúa como fase intermedia antes de evolucionar a CAN, fenómeno registrado en sistemas alcalinos como el proceso Bayer (Barnes, et al., 1999). La transición de SOD a CAN ha sido profundamente estudiada, este mecanismo de transformación se encuentra respaldado por estudios tanto termodinámicos como mecánicos. En estos últimos, existen avances como los reportados por Maldonado, que ha realizado diagramas de fases ternarios que refuerzan la hipótesis de que esta transición sigue la Regla de Ostwald, donde la fase metaestable SOD evoluciona hacia una estructura CAN, que es más estable, bajo condiciones hidrotermales prolongadas (Maldonado et al., 2013).

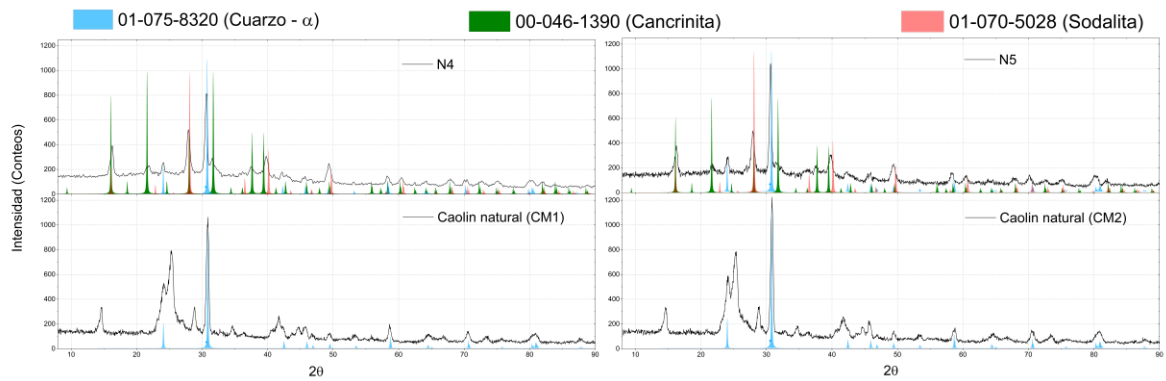


Figura 16. Difractogramas de los materiales precursores CM1 y CM2 (sección inferior), en los que se identifica la fase de cuarzo- α (indicada en azul). En los difractogramas de los productos sintetizados (sección superior), se observa la presencia de cuarzo- α

En la sección inferior de la figura 16, se presenta exclusivamente la fase cristalina de cuarzo- α presente en los precursores CM1 y CM2, lo que permite establecer una comparación directa con los picos residuales de esta fase detectados en los productos sintetizados N4 y N5, figura 16 sección superior. En estos últimos, el cuarzo- α residual se identificó en las posiciones $2\theta \sim 24.02^\circ, 30.87^\circ, 42.23^\circ, 45.78^\circ, 49.51^\circ, 53.15^\circ, 58.35^\circ, 64.60^\circ, 70.49^\circ$ y 80.20° , mostrando intensidades significativamente reducidas respecto a los materiales de partida. Esta reducción se atribuye a que la temperatura empleada durante la fusión alcalina resultó insuficiente para que el NaOH atacase eficientemente al cuarzo- α , afectando principalmente a las demás fases presentes, como se detalla a continuación.

La persistencia los picos de cuarzo- α en los productos N4 y N5, incluso después de los procesos de fusión alcalina y tratamiento hidrotermal, evidencia su notable estabilidad estructural termodinámica. Este hallazgo concuerda con los estudios de dinámica molecular reportados por Ge (Ge et al., 2025), que demuestran que, durante la fusión alcalina del NaOH con el cuarzo, los iones Na^+ y OH^- solo adquieren movilidad al superar los $318^\circ C$, que es el punto de fusión del NaOH, limitándose inicialmente a interacciones electrostáticas superficiales sin alterar la estructura cristalina del cuarzo. La penetración significativa de iones Na^+ en la red cristalina del cuarzo solo ocurre a temperaturas superiores a los $600^\circ C$, donde comienzan a afectar las primeras capas atómicas, y a $650^\circ C$, la penetración llega hasta tres capas atómicas del cuarzo interaccionando con él y generando las rupturas de enlaces Si-O. Este comportamiento explica por qué algunos caolines requieren temperaturas superiores a $900^\circ C$ para transformarse en metacaolín, así como, el uso de agentes adicionales como el

Na_2CO_3 durante la preparación del caolín como precursor, ya que facilita la disolución de la sílice (Passos et al., 2017)

En esta investigación, en los presentes ensayos, durante el proceso de fusión alcalina el NaOH mostró selectividad reactiva hacia las otras fases minerales: la caolinita, el ópalo, tridimita y la illita, donde la ruptura de sus enlaces Si-O permitió la formación de la fase intermedia SOD-CAN durante el posterior tratamiento hidrotermal, fenómeno que se ha observado en la transformación de caolín a diversas zeolitas (Kovo et al., 2025).

El producto denominado N9, ver sección superior de la figura 17, mostró un comportamiento distintivo en el análisis por DRX, donde se identificó SOD como fase cristalina predominante, acompañada de una notable reducción en la intensidad de los picos característicos del cuarzo- α , conservándose solo el pico residual en $2\theta \sim 30.87^\circ$. Esta significativa reducción se atribuye a la superposición de picos correspondiente a otras fases cristalinas presentes en ese espaciamiento, las cuales, corresponden a las fases de illita, ópalo y caolinita, figura 15, las cuales, si experimentaron interacción con el NaOH durante el proceso de fusión alcalina, proceso donde se rompieron los enlaces Si-O de todas estas fases dejando solamente la intensidad real del cuarzo- α (Heller-Kallai & Lapidés, 2007).

El material precursor CM3, ver sección inferior figura 17, empleado como base para la síntesis del producto N9, mostró que el pico característico del cuarzo- α , ubicado en $2\theta \sim 30.87^\circ$ presentó una intensidad menor, de 320 conteos, en comparación con los precursores CM2, que presentó una intensidad de 1198.53 conteos y, CM1 con 1042.66 conteos, ver figura 15. Esta reducción de intensidad sugiere una menor concentración inicial de cuarzo- α en CM3, condición que favoreció la formación preferencial de la SOD. Este fenómeno se atribuye por la distribución de los óxidos de silicio entre las demás fases mineralógicas, esta tendencia se corrobora en la figura 18, donde se evidencia una disminución generalizada en la intensidad de los picos de cuarzo- α en comparación con CM1 y CM2, mientras se incrementa la intensidad en los picos correspondientes a las demás fases. Esta distribución, combinada con las condiciones hidrotermales y la alta alcalinidad generada por la concentración del NaOH, el cual no competió por tratar de interaccionar con el cuarzo- α , crearon un ambiente propicio para la formación de SOD (Vogrin et al., 2023). Estos resultados concuerdan con estudios previos que reportan la síntesis de SOD mediante fusión

alcalina de caolín. Como el reportado por Li y compañía, quienes sintetizaron SOD mediante fusión alcalina a partir de caolín utilizando una relación másica NaOH:caolín en la mezcla de 3:1, con fusión (Li et al., 2015). Otros autores destacan que, en algunos casos se necesita transformar al caolín en metacaolín para realizar una síntesis mediante técnicas avanzadas como Spark Plasma Sintering (Feng et al., 2025).

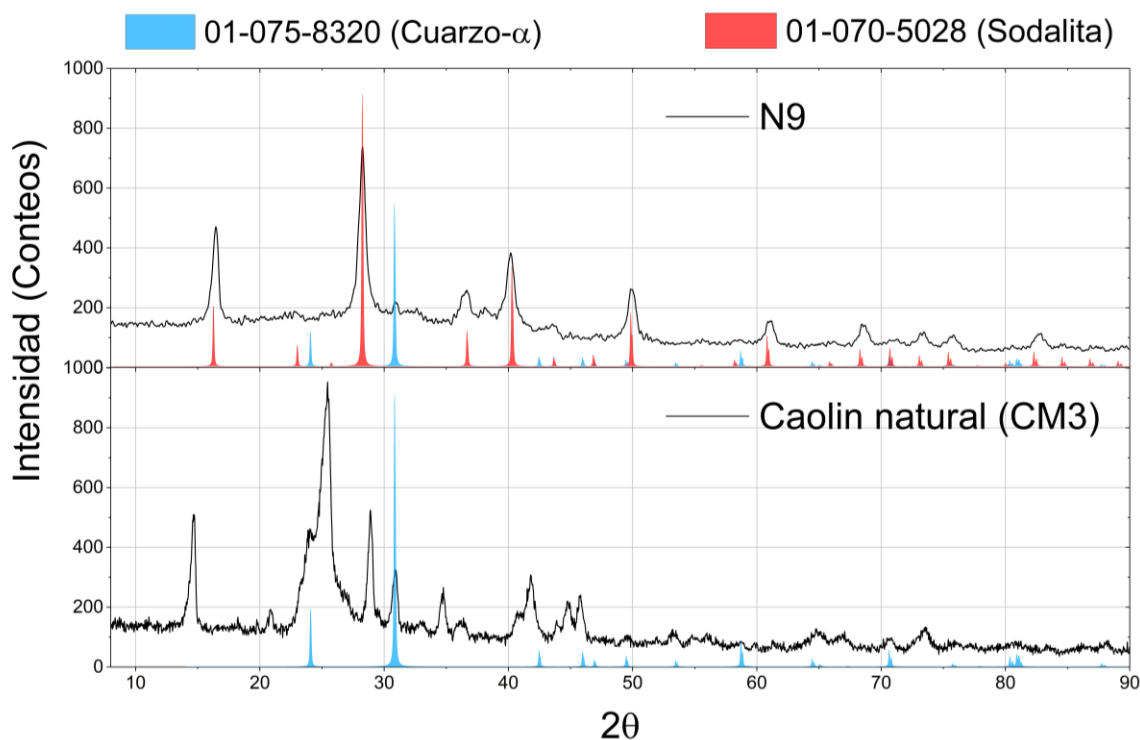


Figura 17. Difractograma del material precursor CM3 (sección inferior), en el que se identifica la fase de cuarzo- α (indicada en azul). En el difractograma del producto sintetizado (sección superior), se observa solo la presencia de un pico de cuarzo- α residual

La sodalita (SOD) es una de las zeolitas más comunes para sintetizar, en el 2008 se conocían más de 900 estructuras pertenecientes a esta, lo que constituía aproximadamente el 18% del total de estructuras publicadas hasta ese momento (Fischer & Baur, 2009) Estudios previos han demostrado que la molaridad del NaOH influye en la fase obtenida, ya que, con valores de molaridad ≥ 10 favorecen la formación de hidroxisodalita, mientras que concentraciones inferiores a 4M promueven la sodalita (Esaifan et al., 2019). Sin embargo, en este trabajo, el patrón de difracción del producto N9 mostró un mejor ajuste con la PDF de sodalita que con la de hidroxisodalita. Es posible que esta discrepancia se deba a una simetría cristalina distinta, ya que, como mencionan algunos autores a pesar de su aparente simplicidad, esta estructura es compleja y versátil (Baur & Fischer, 2008) (Depmeier, 2005).

De hecho, es la única zeolita que presenta una diversidad tan amplia de grupos espaciales, pues hasta 2008 se contaban 27, causados por la disposición no convencional de cationes o por la influencia de la materia que ocupa en los poros (Fischer & Baur, 2009).

Respecto a los precursores empleados, autores como Esafain, señalan que el caolín es el aluminosilicato natural más utilizado en la síntesis de zeolitas (Esaifan et al., 2019)., sin embargo, Feng destaca que, “Aunque existen numerosos estudios sobre sodalita, hay pocos ejemplos de síntesis de sodalita pura a partir de minerales de caolín” (Feng et al., 2025).

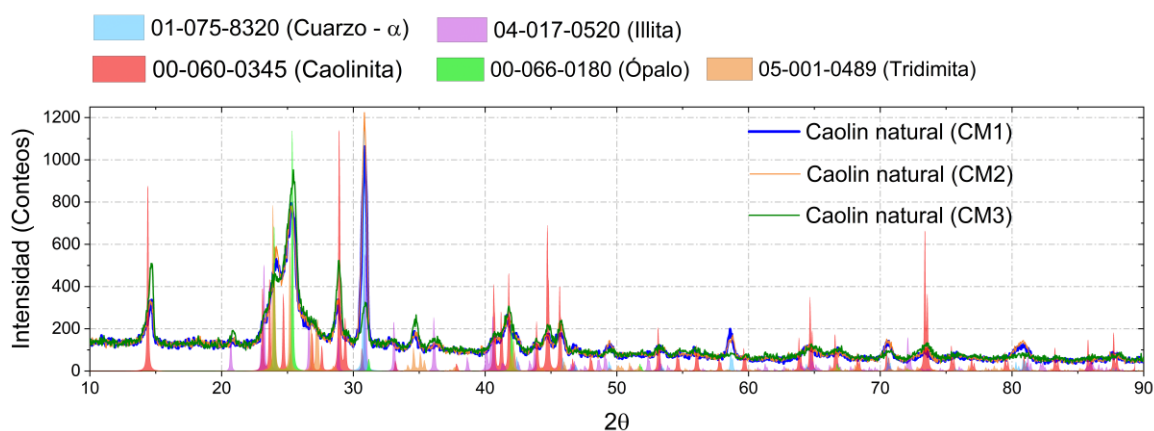


Figura 18. Diffractogramas de rayos X comparativos de los materiales precursores CM1, CM2 y CM3. Se observa que el precursor CM3 presenta una menor intensidad en el pico característico del cuarzo- α ($2\theta \sim 30.8^\circ$) en comparación con CM1 y CM2

6.3.2 Efecto del cambio en la relación másica y en las condiciones energéticas, usando los caolines CM3 y CMB.

En esta fase experimental, se presentan los resultados y análisis correspondientes de dos ensayos bajo condiciones experimentales controladas. Como precursores naturales, se utilizaron los caolines: CM3 perteneciente al Lote 1, y CMB perteneciente al Lote 2.

La elección de CM3 se basó en el análisis previo (sección 5.2.1), donde se determinó que, en comparación con CM1 y CM2, ambos del Lote 1, CM3 presentó mejores resultados en la síntesis, debido a su baja relación con el cuarzo- α . Por otro lado, el caolín CMB fue seleccionado por ser el material de referencia del Lote 2, lo que permite evaluar su comportamiento en contraste con el caolín CM3.

Las condiciones experimentales implementadas consistieron en una relación molar caolín – NaOH de 1:3.5, seguida de una fusión alcalina y posteriormente un tratamiento hidrotermal.

Los productos obtenidos a partir de los caolines CM3 y CMB, se denominaron DIE 10 y DIE 11, respectivamente. Los difractogramas de DRX correspondientes, figura 19 y figura 20, revelan patrones de difracción prácticamente idénticos, con diferencias mínimas, casi imperceptibles en intensidad. En ambos casos, se identificó la fase cristalina de cancrinita (CAN) sin evidencia de otras fases secundarias.

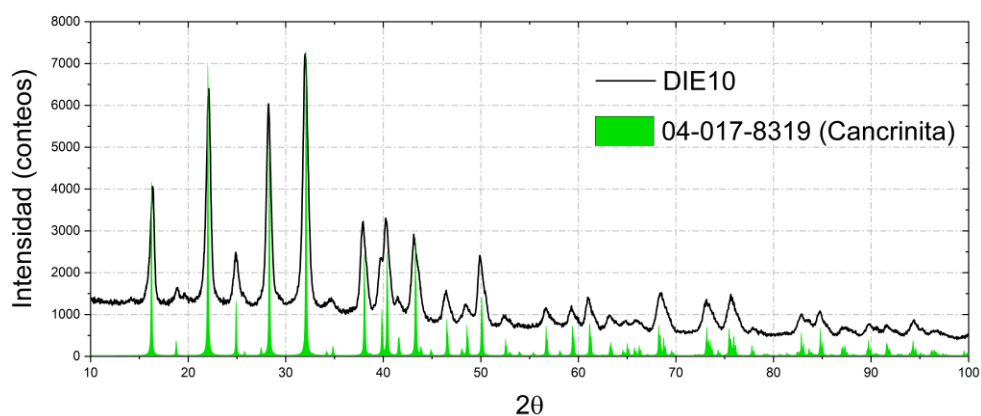


Figura 19. Síntesis realizada con CM3, el producto adquirido corresponde a una fase cristalina CAN pura

Esta formación exclusiva de CAN, ver figura 19, en lugar de la SOD, obtenida previamente en el apartado 5.2.1, ver figura 17, se asocia directamente a las modificaciones en las condiciones energéticas empleadas. Estos resultados concuerdan con los hallazgos reportados por Vogrin (Vogrin et al., 2023), quien señala que la síntesis de CAN, a diferencia de la SOD, requiere condiciones más enérgicas, como mayores temperaturas y alcalinidad. Al comparar nuestros resultados con investigaciones recientes realizadas en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH), se observa una superioridad cristalográfica en los productos DIE10 Y DIE11. En la figura 21 se compara la síntesis del producto DIE11 con la síntesis realizada por Barrientos et. al. (Barrientos et al., 2024) quienes emplearon perlita y soluciones de NaOH como precursores, logrando cancrinita con una cristalinidad aceptable en un tiempo de 24 horas de reacción a 100°C. En cambio, nuestro método produjo materiales de mayor cristalinidad en un tiempo menor, lo que demuestra que el incremento de temperatura, la selección de precursores y la metodología aplicada, reducen el tiempo de

síntesis en un 75% y mejoran la calidad estructural. Así mismo, Legorreta-García & Valdez (Legorreta-García et al., 2024), utilizando el caolín CM3, reportaron la formación de una mezcla de CAN y Na-P2 tras ocho horas de reacción a 140°C, en la figura 22 se presenta la comparación con la CAN sintetizada en este trabajo de investigación con el mismo material precursor, se señalan los picos que muestran la mayor cristalinidad de DIE10, además de su pureza. La presencia de fases secundarias en su estudio sugiere que las condiciones de síntesis no fueron suficientes para garantizar la conversión completa a CAN, a diferencia de este trabajo, donde la fusión alcalina favoreció la completa disolución del caolín CM3, así como el aumento de energía térmica y el exceso de NaOH en el proceso hidrotérmal aseguraron la obtención de CAN pura.

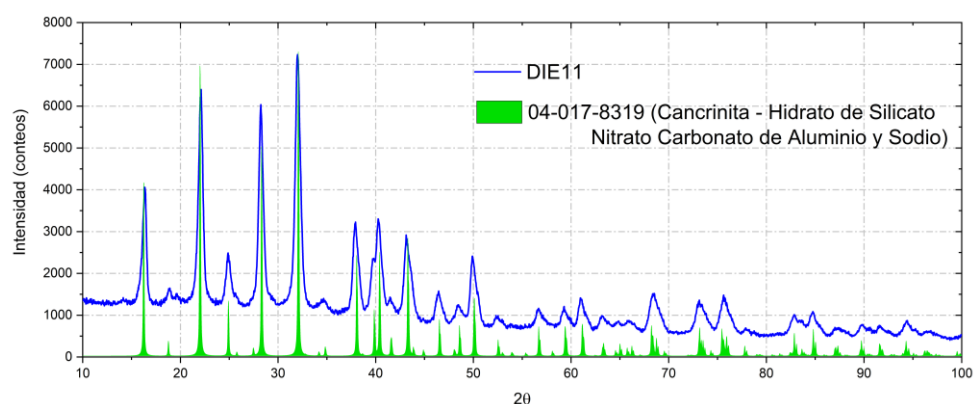


Figura 20. Síntesis realizada con CMB, el producto adquirido corresponde a una fase cristalina CAN pura

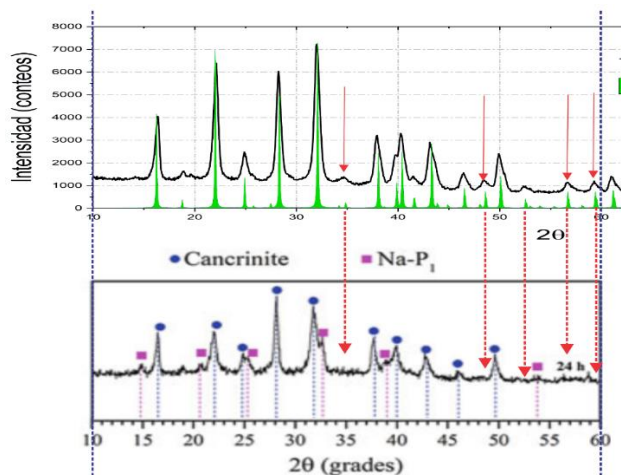


Figura 21. Comparación de la síntesis de CAN realizada por Barrientos [86] (parte inferior) con la realizada en este trabajo de investigación (parte superior). Las flechas señalan picos que en nuestra síntesis denotan una mayor cristalinidad.

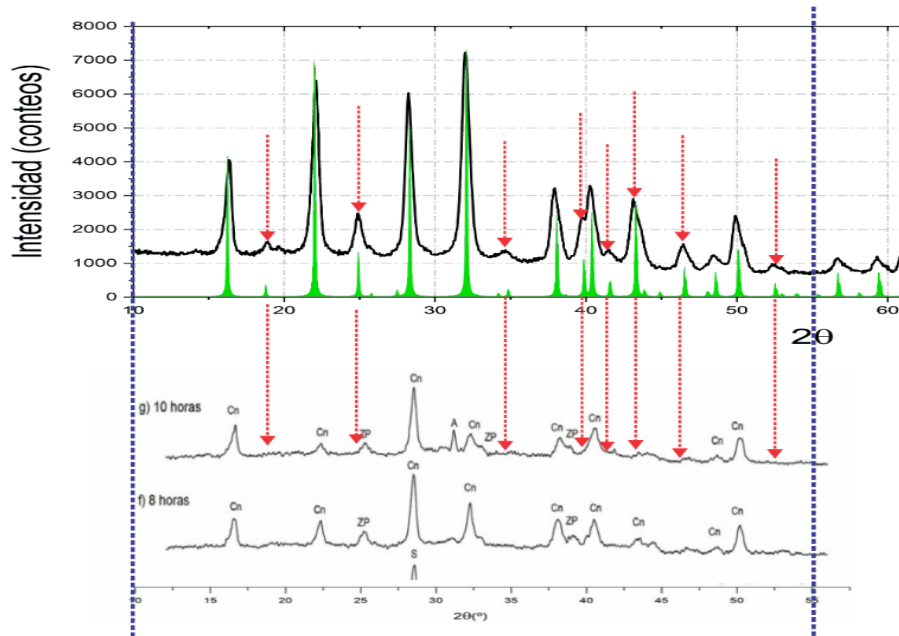


Figura 22. Comparación de la síntesis de CAN realizada por Legorreta & Valdez [85] (parte inferior) con la realizada en este trabajo de investigación (parte superior). Las flechas señalan picos que en nuestra síntesis denotan una mayor cristalinidad

6.4 Caracterización de la Zeolita X sintetizada.

6.4.1 Identificación de fase, cálculo de la fórmula empírica y tamaño de cristalito.

Para confirmar la formación de la fase zeolítica objetivo: la zeolita X sintetizada a partir del caolín CMB, se analizó el difractograma del producto DX mediante comparación con el patrón de referencia de faujasita proporcionado por la IZA Database (Structure Commission of the IZA, s.f.), figura 23. Si bien se verificó la presencia de la topología FAU, se observaron discrepancias en el difractograma DX, las cuales consistieron en un desplazamiento no homogéneo de los picos hacia menores ángulos 2θ acompañados de una compresión progresiva de los picos. Estas diferencias se atribuyen a que el patrón de referencia de la IZA Database corresponde a faujasita natural, mientras que DX es un material sintético, que, aunque poseen la misma estructura sus parámetros de red son distintos (Algieri et al., 2009).

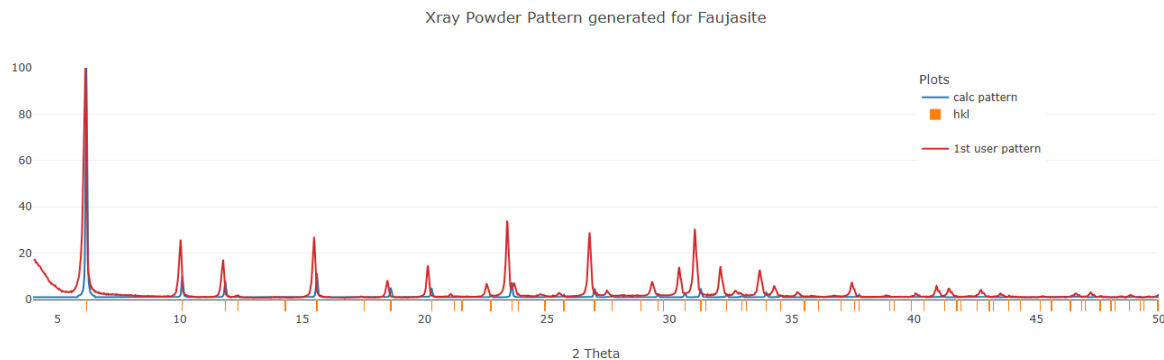


Figura 23. Comparación de los difractogramas de rayos X del material sintetizado DX (color rojo) y el patrón de referencia de faujasita (FAU) de la IZA DATABASE.

Tras identificar la zeolita tipo FAU, se procedió a determinar cuál de sus variantes en composición química de la zeolita X presentaba mayor similitud con DX. Para ello, se evaluaron 35 números de archivo PDF de la base de datos ICDD PDF4, ver Anexo A. Sin embargo, ninguna coincidió completamente con el difractograma experimental, algunas mostraron desplazamientos angulares parciales de picos, ya sea hacia mayores o menores ángulos 2θ , mientras que en otras se detectaron picos ausentes o adicionales. Por estas razones, para determinar el número de archivo PDF con el mejor ajuste estructural, se realizó un análisis computacional que cuantificó la concordancia mediante dos códigos de programación para procesamiento de datos, desarrollados por el autor de esta tesis.

La selección de los archivos PDF para el análisis comparativo se realizó considerando dos criterios fundamentales: primero, la presencia de Na en su estructura y, segundo, la mayor coincidencia en las posiciones de los picos de difracción con los observados en DX. Para garantizar una comparación precisa, se implementó el primer algoritmo computacional, ver Anexo B, diseñado específicamente para la extracción sistemática de las posiciones angulares 2θ exactas de los picos. Para esto se delimitaron las opciones considerando las posiciones 2θ de DX seleccionando picos que estuvieran presentes en las tarjetas evaluadas. El rango se restringió a $2\theta \sim 41.4067^\circ$ debido a las limitaciones en algunas tarjetas. Se extrajeron las posiciones 2θ de siete tarjetas representativas seleccionadas para comparación cuantitativa, ver tabla 3: 00-038-0237 (y_1), 00-038-0232 (y_2), 00-038-0236 (y_3), 00-012-0246 (y_4), 00-047-0003 (y_5), 00-012-0228 (y_6) y 04-015-6149 (y_7).

Para el análisis comparativo de los patrones de difracción, se implementó un segundo algoritmo, ver Anexo C, cuyo objetivo principal fue calcular las diferencias absolutas entre las posiciones 2θ de DX, considerada como referencia, y las posiciones 2θ de los picos asociados en cada tarjeta PDF seleccionadas. El código genera un gráfico de barras que representa las diferencias promedio, permitiendo realizar una comparación cuantitativa y así identificar la tarjeta PDF con mayor concordancia. Adicionalmente, el código fue diseñado para proporcionar un análisis estadístico complementario, generando una tabla resumen que incluye la diferencia promedio, la diferencia máxima y el error relativo, para cada archivo PDF evaluado.

Tabla 3. Posiciones angulares 2θ , tanto de DX como de los picos de los difractogramas seleccionados

o.	x_{real}	y_1	y_2	y_3	y_4	y_5	y_6	y_7	y_8	y_9
	DX	X	D							
0	.1322	.1322	.1	.14	.14	.1	.12	.18	.1356	
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	0.0046	0.0046	.98	0.06	0.06	0	0.02	0.1	0.0356	
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1.7605	1.7605	1.72	1.78	1.8	1.7	1.74	1.78	1.7556	
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	5.4761	5.4761	5.46	5.5	5.54	5.42	5.48	5.5	5.4756	
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	8.4705	8.4705	8.44	8.5	8.5	8.44	8.48	8.54	8.4756	
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
1	0.1166	0.1166	0.08	0.16	0.16	0.08	0.14	0.22	0.1356	
	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	2.531	2.531	2.52	2.58	2.6	2.46	2.56	2.6	2.5356	
	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	3.3619	3.3619	3.34	3.4	3.42	3.32	3.4	3.46	3.63	
	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	3.6284	3.6284	3.59	3.65	3.7	3.58	3.68	3.72	3.3756	
	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	4.7258	4.7258	4.64	4.76	4.77	4.56	4.74	4.86	4.7156	
	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
5.494	5.494	5.43	5.54	5.56	5.32	5.52	5.62	5.4956		
2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	

2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
2	6.7325	6.7325	6.68	6.76	6.8	6.5	6.76	6.82	6.7356
3	2	2	2	2	2	2	2	2	2
3	7.438	7.438	7.38	7.5	7.52	7.41	7.52	7.58	7.4556
4	2	2	2	2	2	2	2	2	2
4	9.288	9.288	9.24	9.34	9.36	9.28	9.32	9.42	9.2956
5	3	3	3	3	3	3	3	3	3
5	0.3854	0.3854	0.34	0.44	0.46	0.36	0.44	0.52	0.3956
6	3	3	3	3	3	3	3	3	3
6	1.0282	1.0282	0.98	1.08	1.1	1.02	1.08	1.18	1.0356
7	3	3	3	3	3	3	3	3	3
7	2.0786	2.0786	2	2.14	2.14	2.06	2.12	2.24	2.0956
8	3	3	3	3	3	3	3	3	3
8	2.69	2.69	2.62	2.76	2.78	2.6	2.74	2.8	2.6956
9	3	3	3	3	3	3	3	3	3
9	3.6777	3.6777	3.62	3.76	3.76	3.64	3.6	3.8	3.6956
0	3	3	3	3	3	3	3	3	3
0	4.2734	4.2734	4.2	4.34	4.34	4.24	4.34	4.42	4.2756
1	3	3	3	3	3	3	3	3	3
1	7.4403	7.4403	7.38	7.5	7.52	7.4	7.5	7.58	7.4556
2	4	4	4	4	4	4	4	4	4
2	0.905	0.905	0.82	0.96	1	0.88	0.16	1.12	0.9156
3	4	4	4	4	4	4	4	4	4
3	1.4067	1.4067	1.34	1.48	1.48	1.36	1	1.62	1.4156

De acuerdo con los análisis realizados mediante las gráficas generadas en Python, figura 24 y 25, se determinó que el número de tarjeta PDF 04-015-6149 mostró la mayor concordancia estructural con DX, con una diferencia promedio de 0.031504° y un error relativo de 0.138903% , tabla 4. No obstante, se observaron desviaciones significativas en los picos localizados en 23.3619° y 23.6284° . Las tarjetas PDF 00-038-0232 y 00-038-0237 también mostraron ajustes aceptables, aunque con valores de discrepancia ligeramente superiores. Por el contrario, la mayor discrepancia se observó en la tarjeta 00-012-0228, mientras que la diferencia máxima registrada correspondió a 00-047-0003 en la posición $2\theta \sim 40.905^\circ$. La diferencia promedio, se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$Dif f_{prom} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |Valor Real_i - Valor Tarjeta PDF_i| \quad (1)$$

Donde, n es el número de datos, en este caso 23 picos analizados. Y el error relativo se obtuvo con:

$$Error\ Relativo\ (\%) = (100) \left(\frac{Diff_{prom}}{Valor\ Real\ Promedio} \right) \quad (2)$$

Donde, el Valor real promedio está dado por:

$$Valor\ Real\ Promedio = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Valor\ Real_i \quad (3)$$

Donde, ya se mencionó el valor de n.

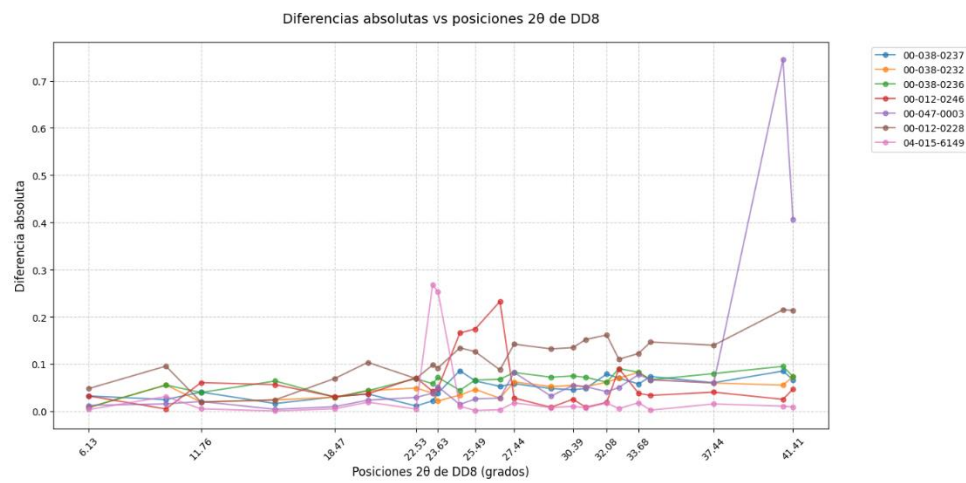


Figura 24. Análisis comparativo de los patrones de difracción con respecto a DX.

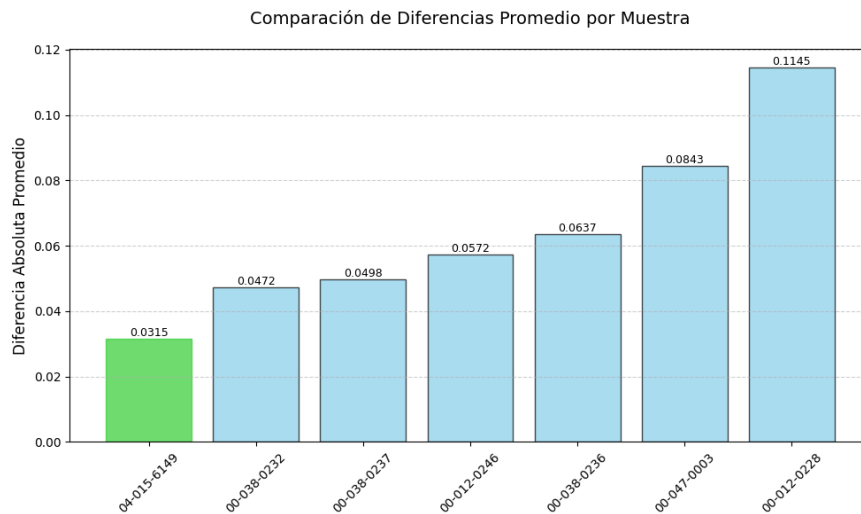


Figura 25. Diferencias promedio, el difractograma perteneciente a la tarjeta 04-015-6149 presenta menor diferencia y el difractograma perteneciente a la tarjeta PDF00-012-0228 presenta mayor diferencia

Tabla 4. Se presentan los datos calculados por los algoritmos creados para el ajuste de menor a mayores diferencias de promedio

Tarjeta PDF	Diferencia promedio (°)	Diferencia máxima (°)	Error relativo (%)
04-015-6149	0.031504	0.2681	0.138903
00-038-0232	0.047157	0.0823	0.188503
00-038-0237	0.049800	0.0858	0.205243
00-012-0246	0.057191	0.2325	0.251339
00-038-0236	0.063678	0.0950	0.256628
00-047-0003	0.084296	0.7450	0.257277
00-012-0228	0.114548	0.2150	0.450719

La figura 26 muestra un análisis comparativo del patrón de DRX del producto DX con las tarjetas PDF 04-015-6149 (zeolita X modificada con azufre), 00-038-0232 (zeolita CaX sintética) y 00-038-0237 (zeolita NaX sintética). Los resultados revelaron que DX presenta la mayor similitud estructural con la zeolita modificada con azufre, referencia PDF 04-015-6149, aunque con algunas diferencias significativas. De acuerdo con Lapshin (Lapshin & Vasiléva, 2008), esta zeolita corresponde a una zeolita $Na_{81}X$ deshidratada a 400 °C y tratada con vapor de azufre (S), lo que produjo una redistribución de los cationes Na^+ formando clusters Na_4S_4 en las posiciones I, I' y II' ubicadas en las jaulas sodalita y anillos S_6 y S_8 en las posiciones II y III de las supercavidades, ver figura 27, ocasionando una ligera expansión de la celda unitaria con parámetros de red $a=b=c=24.93 \text{ \AA}$, frente a $a=24.89$ que era el tamaño sin modificar.

Esta comparación sugiere que DX podría tener parámetros de red similares, $a \approx 24.93 \text{ \AA}$, aunque esta hipótesis requiere una confirmación de mayor exactitud como el método Rietveld debido a ciertas discrepancias observadas como, la ausencia en la referencia 04-015-6149 de los picos presentes en DX ubicados en 17.41° , 43.97° , 47.78° , 59.76° , 60.78° , 61.77° , 61.43° , 62.39° , 63.78° , 64.40° , 65.54° , 65.73° , 72.28° y 75.98° , lo que indica posibles diferencias en la ocupación de sitios catiónicos o distorsiones estructurales adicionales, figura 26 (a).

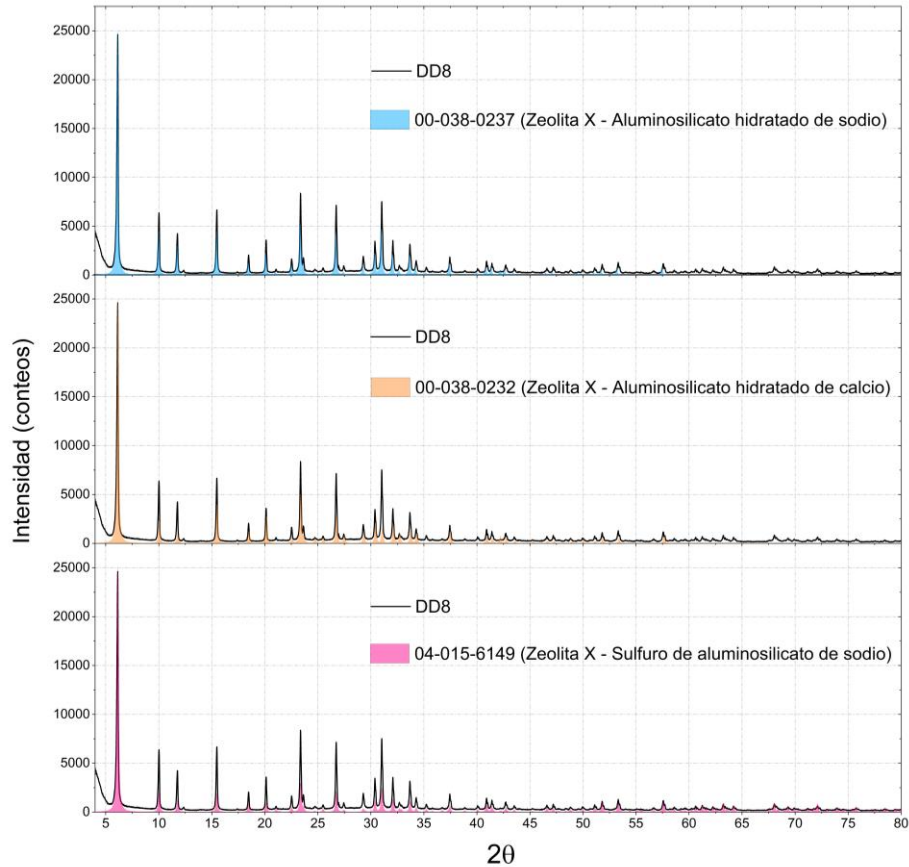


Figura 26. Comparación de DX con los tres difractogramas con mejor ajuste

Al comparar DX con la zeolita CaX de la tarjeta PDF 00-038-0232, figura 26 (b), la cual tiene $a = 24.90 \text{ \AA}$, se observa un desplazamiento no uniforme de los picos de DX hacia ángulos 2θ más bajos, lo que implica un aumento en los espaciados interplanares y, por tanto, una expansión de la celda unitaria en comparación con la de la zeolita CaX. La naturaleza no uniforme del desplazamiento sugiere una deformación anisotrópica de la estructura (Lara , 1986).

En cambio, al comparar DD98 con la zeolita NaX de la tarjeta PDF 00-038-0237, figura 26 (c), la cual tiene $a = 24.99 \text{ \AA}$, los picos de DX se desplazan hacia ángulos 2θ más altos, lo que indica una contracción de la celda unitaria respecto a la zeolita de referencia. Esta zeolita sintetizada de referencia, sintetizada por Milton en 1953 (Milton, 1959) representa la primera zeolita X sintetizada en la historia.

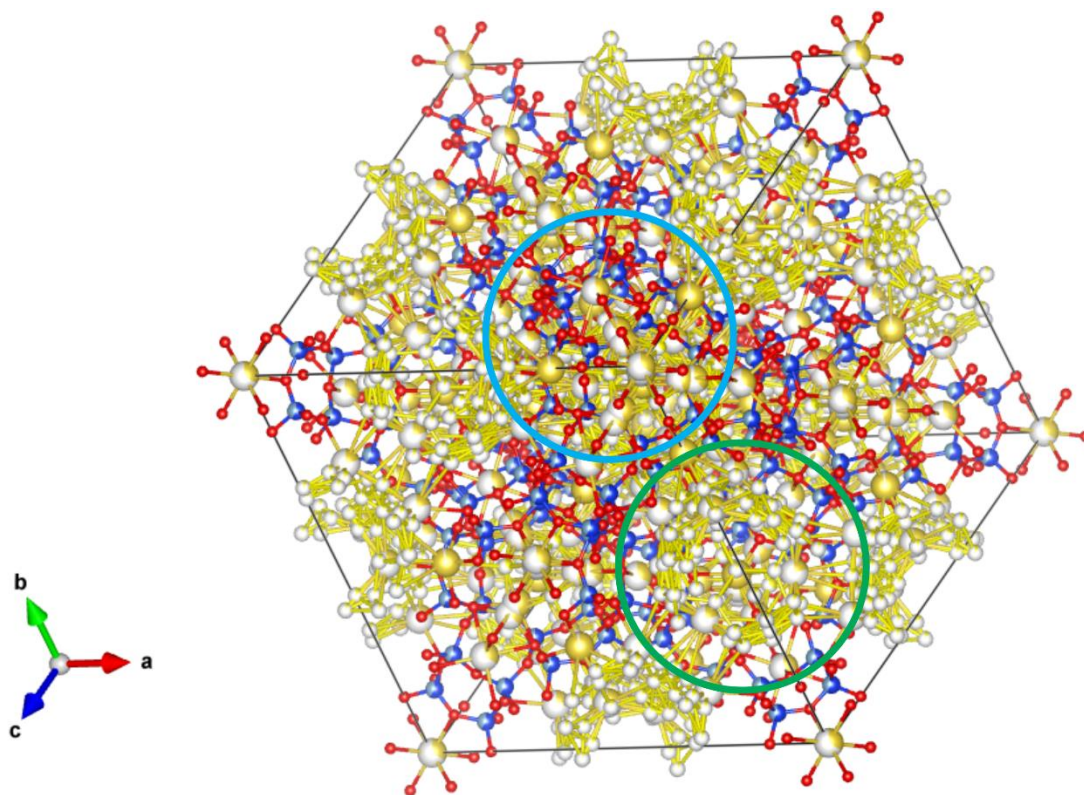


Figura 27. En el círculo verde se señalan los clústeres $Na_4 S_4$ en las posiciones I, I' y II' ubicadas en las jaulas sodalita y en el círculo azul se señalan anillos S_6 y S_8 en las posiciones II y III de las super cavidades. Imagen adquirida de VESTA

La contracción observada en DX en comparación con la zeolita NaX de referencia PDF 00-038-0237, sintetizada, como se mencionó, originalmente por Milton en 1953 con composición $Na_2Al_2Si_{2.5}O_9 \cdot 6.2H_2O$ (Milton, 1959) puede atribuirse a dos factores principales: a las variaciones en el contenido de Na^+ y a la presencia de cationes extra marco. Aunque el caolín precursor presentaba un bajo contenido de Na_2O , el tratamiento con NaOH durante la síntesis incrementó significativamente la incorporación de Na^+ en la estructura final de DX, como lo confirman los análisis de EDS, figura 28. La estequiometría de la fórmula empírica calculada para DX en base a estos datos por mapeo resultó $Al_{84.97}Na_{100.76}O_{384}P_{0.78}K_{0.57}Ca_{0.46}Ti_{0.66}Fe_{0.89}Si_{107.03}$ la cual, muestra un contenido de Na superior al de la zeolita NaSX de referencia, que contiene $Al_{81}Na_{81}O_{384}S_{67}Si_{111}$. Adicionalmente, si mismo, el mapeo por EDS reveló que DX contiene cationes residuales originados de fases cristalinas precursoras. Estos cationes ocupan sitios intercambiables en la estructura que, aunque, el porcentaje es bajo como se observa en la tabla de la figura 28,

es posible que contribuyan junto con la cantidad de Na a generar la similitud en tamaño con la estructura la zeolita NaSX.

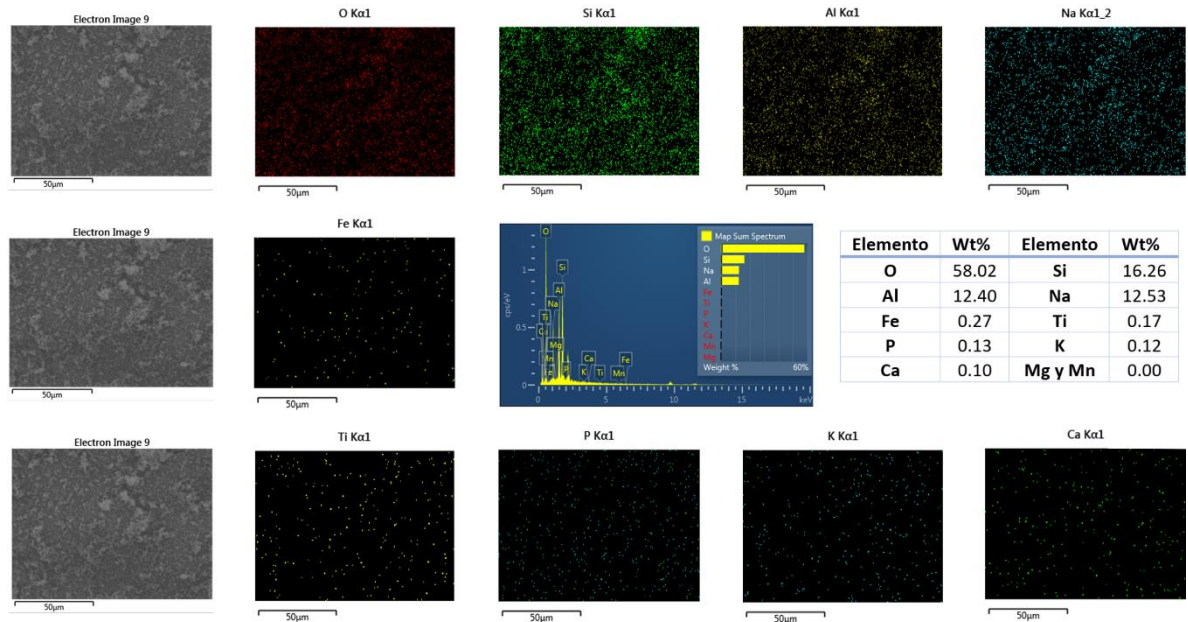


Figura 28. Análisis semicuantitativo por mapeo de EDS de la zeolita DX.

Mediante la aplicación de la ecuación de Scherrer (4), diseñada específicamente para la determinación del tamaño de los cristalitas, no de las partículas, se calculó el tamaño del cristallito promedio del material. Los picos seleccionados para para este cálculo, junto sus respectivas posiciones 2θ , se detallan en la tabla 5. Para el cálculo se consideró un factor de forma (k) de 0.9, apropiado para cristales esféricos con celdas unitarias cúbicas (Langford, 1978), para el valor del ancho a media altura (β – FWHM) de cada pico se determinó mediante un análisis de perfil utilizando el software Origin. Se obtuvo un tamaño promedio de $0.055 \mu m$,

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4)$$

Tabla 5. Datos del FMHW en cada posición 2θ y los cálculos realizados.

<i>n</i> . Picos	N	F	2	θ	F	θ	C	L	D
	WHM	θ			WHM RAD	RAD	os (θ)	(nm)	(μm)
1	.13663	.1322	6	3	0.	0	0.	5	0
					002384643	.05351354	998568492	8.22789744	.0582279
2	.12453	0.0203	1	5	0.	0	0.	6	0
					002173459	.08744361	996179243	4.03885513	.06403886

3	0	1	5	0.	0	0.	6	0
	.12584	1.7605	.88025	002196322	.10262972	994738191	3.4640135	.06346401
4	0	1	7	0.	0	0.	6	0
	.12661	5.4761	.73805	002209761	.13505445	990894001	3.32275876	.06332276
5	0	1	9	0.	0	0.	6	0
	.12816	8.4705	.23525	002236814	.16118552	987037715	2.80132247	.06280132
6	0	2	1	0.	0	0.	6	0
	.12171	0.1166	0.0583	00212424	.17555045	984630552	6.29113668	.06629114
7	0	2	1	0.	0	0.	5	0
	.14033	2.531	1.2655	002449221	.19662007	980732468	7.72367292	.05772367
8	0	2	1	0.	0	0.	6	0
	.13359	3.3619	1.68095	002331585	.20387104	97929018	0.72530235	.0607253
9	0	2	1	0.	0	0.	5	0
	.1428	6.7325	3.36625	00249233	.23328507	97291222	7.18118741	.05718119
10	0	2	1	0.	0	0.	3	0
	.20533	7.438	3.719	003583685	.23944172	971470528	9.82657856	.03982658
11	0	2	1	0.	0	0.	4	0
	.17701	9.288	4.644	003089407	.25558602	96751531	6.38733124	.04638733
12	0	3	1	0.	0	0.	5	0
	.15916	0.3854	5.1927	002777866	.26516264	965049892	1.72152702	.05172153
13	0	3	1	0.	0	0.	5	0
	.15714	1.0282	5.5141	00274261	.27077213	963564659	2.46714392	.05246714
14	0	3	1	0.	0	0.	5	0
	.15949	2.0786	6.0393	002783626	.27993859	961072406	1.82812161	.05182812
15	0	3	1	0.	0	0.	4	0
	.17455	3.6777	6.83885	003046472	.29389337	957123296	7.55183657	.04755184
16	0	3	1	0.	0	0.	4	0
	.1917	4.2734	7.1367	003345796	.29909184	955604475	3.36653742	.04336654
17	0	3	1	0.	0	0.	4	0
	.18969	7.4403	8.72015	003310715	.32672825	947097465	4.21971353	.04421971
						P	5	0
						ROMEDIOS	4.77323156	.05477323

No obstante, como señalan Monshi y compañía (Nasiri et al., 2023) la ecuación de Scherrer clásica presenta limitaciones debido al error sistemático asociado con el término $\beta \cos \theta$ en función del ángulo 2θ , lo que conduce a discrepancias en el cálculo de cristalito (L) para los diferentes picos, tabla 5. Para corregir este sesgo metodológico, se aplicó la ecuación de Scherrer modificada (5), propuesta por dichos autores, la cual, resuelve el error mediante un enfoque estadístico basado en una regresión lineal de $\ln \beta$ vs $\ln \left(\frac{1}{\cos \theta} \right)$, que se realizó con los datos obtenidos anteriormente, ver figura 29. Este enfoque, implementado con

Excel y el software Origin mediante un ajuste por mínimos cuadrados proporcionó un valor más preciso del tamaño de cristalito de $0.066 \mu\text{m}$.

$$\ln \beta = -4.8149 \ln \left(\frac{1}{\cos \theta} \right) + \ln \left(\frac{K\lambda}{L} \right) \quad (5)$$

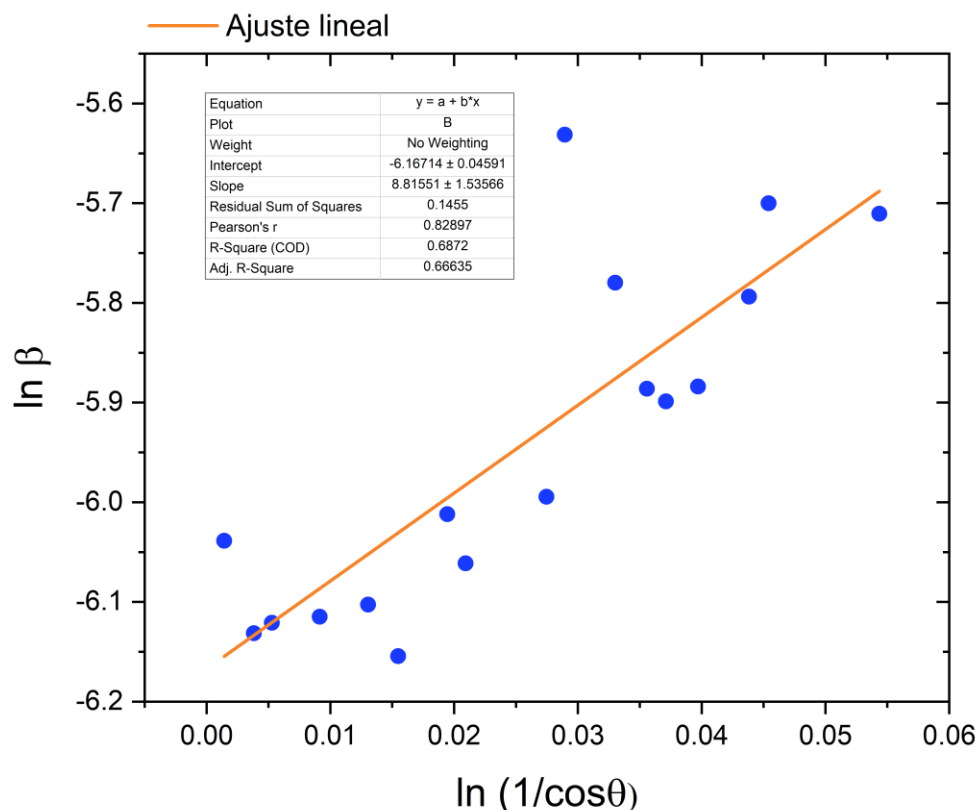


Figura 29. Ajuste lineal para obtener el valor de la intercepción.

6.4.2 Morfología.

En las micrografías de MEB correspondientes a la muestra DX se observa que las partículas presentan similitudes morfológicas con las reportadas para zeolita X sintética en el trabajo de Iván Caballero (Caballero et. al., 2007) , aunque con un tamaño menor, lo que dificultó una definición precisa de los cristales. Sin embargo, aun así, se distingue la morfología octaédrica característica en los cristales de zeolitas X (Kwaky-Awuah et al., 2016) (Ge et al., 2020), ver figura 30. Cabe mencionar que, según Bilgiç, los cristales de la

zeolita X también pueden tener una forma cúbica o cúbica biselada (Bilgiç et al., 2025). La mayoría de las partículas exhibieron morfología irregular, lo que sugiere que están compuestas por partículas individuales menores a $0.1 \mu\text{m}$, denominados cristalitas o nano cristalitas, como lo señala Waseda et. al., en la página 123 del libro “*X-Ray Diffraction Crystallography*” (Waseda et al., 2011). Esta hipótesis se corroboró mediante el cálculo del tamaño de cristalito, realizado en la sección 5.4.1., donde se obtuvo un tamaño de cristalito de $0.066 \mu\text{m}$.

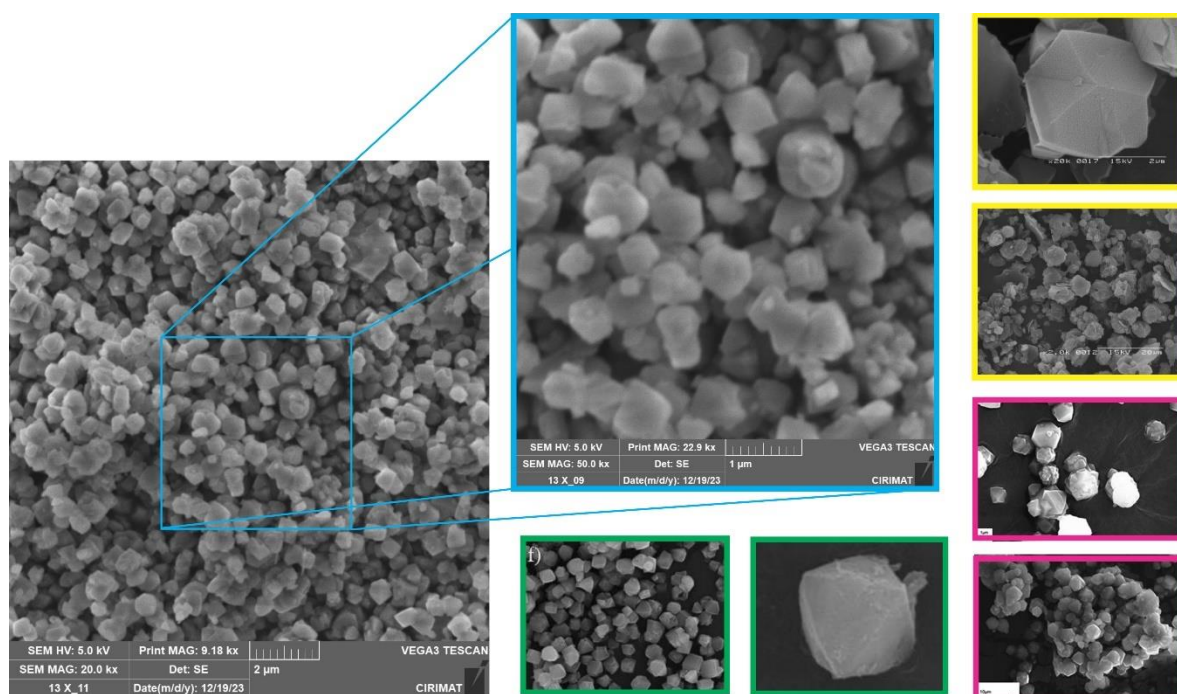


Figura 30. Comparación morfológica entre la zeolita X sintetizada en este trabajo (DX, en azul) y reportes previos: Caballero et. al. [171] (amarillo), Kwakye-Awuah et. al. [172] (rosa) y Ge et. al. [173] (verde).

La distribución de tamaños de partícula se cuantificó mediante un análisis estadístico basado en mediciones directas de partículas individuales en micrografías de MEB, utilizando el software ImageJ. Se efectuaron 937, 383, y 89 mediciones en las figuras 31, 32 y 33, respectivamente. Los resultados mostraron que existe una tendencia predominante entre el rango de $0.4 \mu\text{m}$ y $0.8 \mu\text{m}$, con variaciones significativas entre muestras, pues, la figura 31 presentó un rango más amplio de $0.45 - 1 \mu\text{m}$, mientras que las figuras 32 y 33, presentaron distribuciones más estrechas entre $0.4 - 0.6 \mu\text{m}$, $0.6 - 0.7 \mu\text{m}$, respectivamente. Esto valores contrastan con los tamaños reportados comúnmente para cristales de zeolita X, entre $1 - 3 \mu\text{m}$, (Caballero et al, 2007) (Kwakye-Awuah et al., 2016) (Ge et al., 2020) (Ma et al., 2014).

La reducción de tamaño observada en este estudio puede atribuirse a un mecanismo de nucleación acelerada (Krachumram et al., 2021). Este fenómeno, se ha presentado en estudios previos de zeolitas X de alta pureza, como los de Zhang et. al., quienes obtuvieron un tamaño promedio de cristal de 689 nm y, que muestran estar constituidos de cristalitos del tamaño aproximado a los calculados en esta tesis (Zhang et al., 2013). Asimismo, Celoria (Celoria et al., 2024) obtuvo cristales con tamaños similares, entre 0.5–1 μm , mediante un protocolo similar al usado en este trabajo de investigación, con la diferencia de que en la mezcla, además del caolín y NaOH (en la misma proporción que este protocolo) también usaron silicato de sodio (Na_2SiO_3) y, así mismo, que en la agitación utilizó una energía térmica de 50 $^\circ\text{C}$ por un tiempo de 2 h. Y finalmente, un su tratamiento hidrotermal utilizó una energía térmica de 90 $^\circ\text{C}$ por 17 h, en la figura 34 se muestra la comparativa de sus cristales con los obtenidos en este trabajo de investigación.

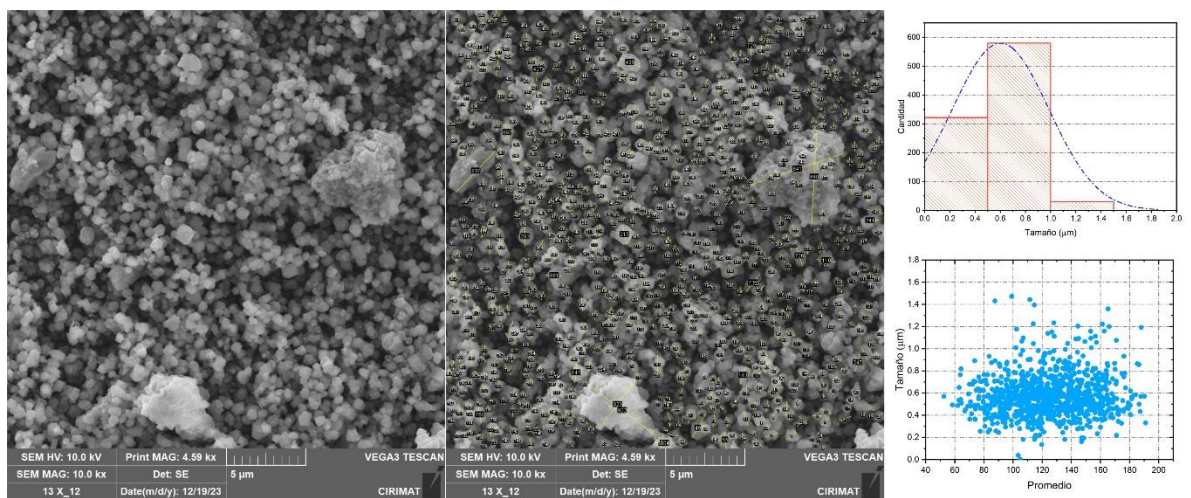


Figura 31. La barra de escala corresponde a 5 μm .. Micrografía de MEB (electrones secundarios) con campo de visión de 28 μm . El análisis estadístico mediante ImageJ reveló una distribución predominante en el rango de 0.45-1.0 μm .

La resolución morfológica en las micrografías se vió limitada por los fenómenos de aglomeración, los cuales, redujeron el contraste topográfico entre partículas adyacentes, lo que generó una pérdida de definición entre ellas. Estas aglomeraciones, introdujeron incertidumbres en las mediciones manuales, particularmente donde múltiples partículas se encuentran en estrecho contacto, dificultando la delimitación precisa de sus bordes. En la figura 31, se identificaron dos aglomeraciones con gran proporción de partículas, una localizada en la región superior derecha, con dimensiones de 6.25 $\mu\text{m} \times 6.4 \mu\text{m}$, compuesta

por partículas individuales con tamaños en el rango de $0.45 \mu\text{m} - 0.6 \mu\text{m}$. La segunda aglomeración, ubicada en la zona inferior central tiene un tamaño de $5.6 \mu\text{m} \times 3.7 \mu\text{m}$, donde la pérdida de contraste topográfico fue crítica, impidiendo la discriminación de límites entre partículas.

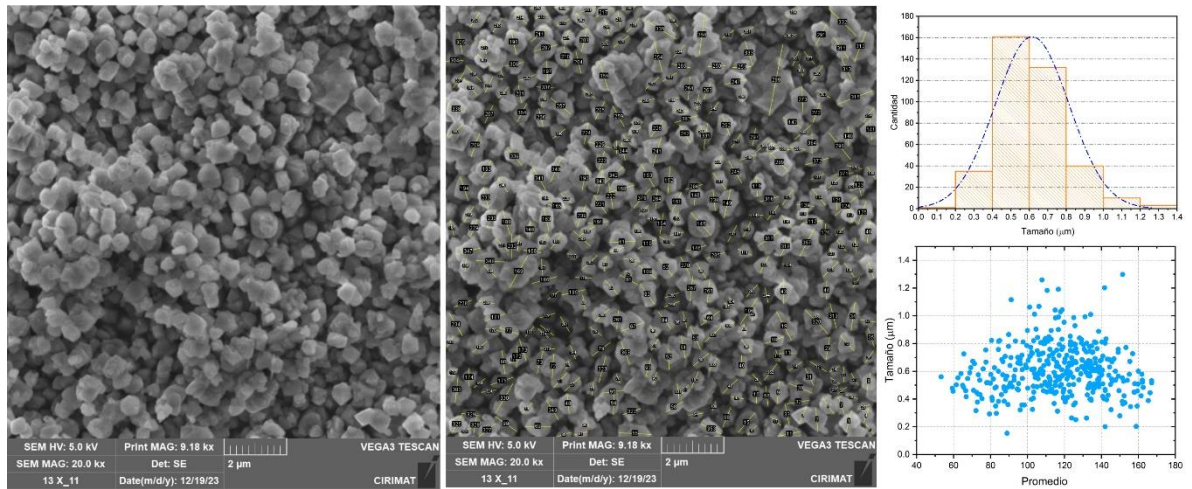


Figura 32. La barra de escala corresponde a $2 \mu\text{m}$. Micrografía de MEB (electrones secundarios) con campo de visión de $14 \mu\text{m}$. El análisis estadístico mediante ImageJ reveló una distribución predominante en el rango de $0.4-0.6 \mu\text{m}$. ($n = 383$ mediciones).

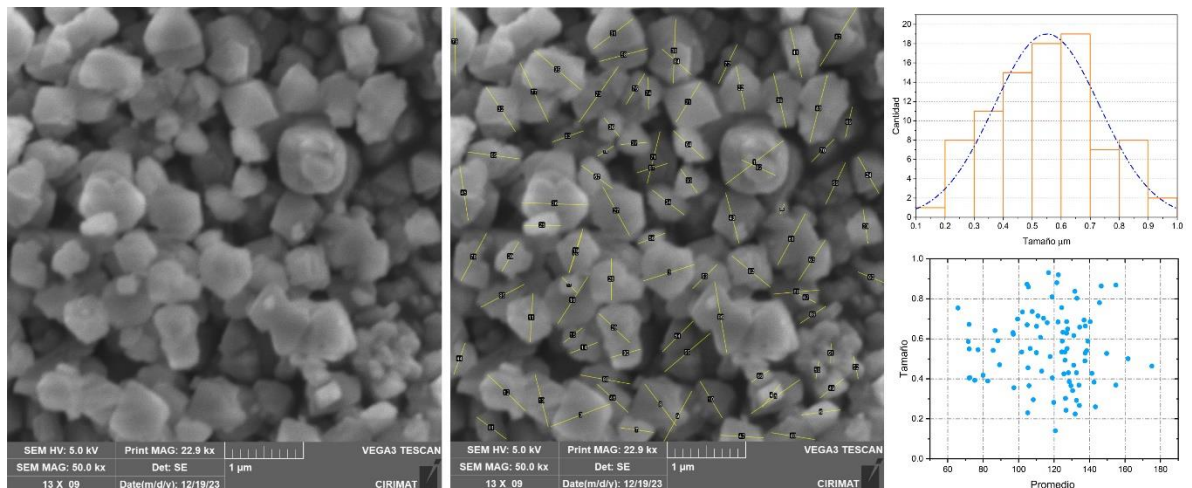


Figura 33. La barra de escala corresponde a $1 \mu\text{m}$. Micrografía de MEB (electrones secundarios) con campo de visión de $5.5 \mu\text{m}$. El análisis estadístico mediante ImageJ reveló una distribución predominante en el rango de $0.6-0.7 \mu\text{m}$. ($n = 89$ mediciones).

Las aglomeraciones fueron caracterizadas mediante micrografías adquiridas a diferentes niveles de magnificación, figura 35. En la figura 35(b), con una barra de escala de $50 \mu\text{m}$, se identificó una aglomeración principal con dimensiones de $30.28 \mu\text{m} \times 24.65 \mu\text{m}$, mientras agregados secundarios tuvieron tamaños entre los $10 - 12 \mu\text{m}$. Al incrementar la

resolución, figura 35 (b), con una barra de escala de $10\ \mu\text{m}$, se distinguió con mayor claridad una aglomeración con un tamaño de $10.44\ \mu\text{m} \times 10.28\ \mu\text{m}$, permitiendo observar tanto partículas individuales como aglomeraciones menores en el rango de $2.7 - 3.2\ \mu\text{m}$. El análisis a mayor aumento, figura 35 (c), con una barra de escala de $2\ \mu\text{m}$, reveló detalles morfológicos en una aglomeración de $7.4\ \mu\text{m} \times 5.43\ \mu\text{m}$, mostrando una heterogeneidad morfológica, ya que, mientras algunas partículas presentaban tendencia a desarrollar hábitos octaédricos, otras exhibían morfologías laminares, las cuales, es posible que correspondan a trazas de illita no reactiva (Ma et al., 2014), las cuales, al estar presentes en bajas concentraciones no son detectables por DRX. Este comportamiento coincide con observaciones en micrografías de zeolitas x puras donde inclusiones laminares similares se atribuyeron a impurezas mineralógicas que no se transformaron durante la síntesis (Caballero et al., 2007).

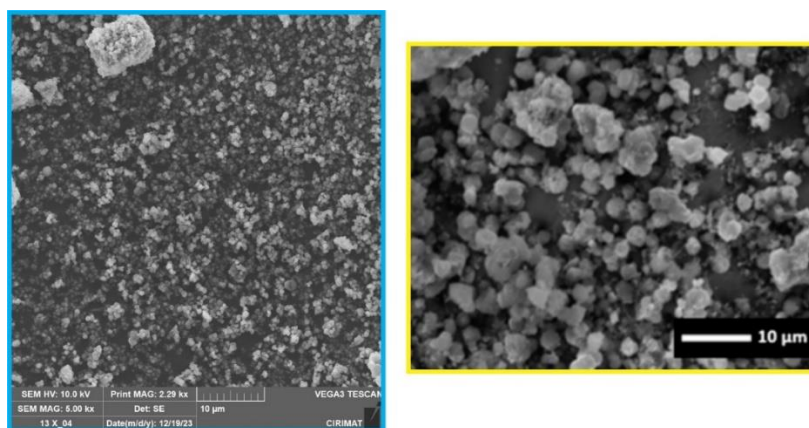


Figura 34. Comparación morfológica entre los cristales de zeolita X sintetizados en este trabajo y los reportados por Celoria [178]. Ambos estudios emplearon protocolos experimentales similares, obteniendo rangos de tamaño de partícula equivalentes ($0.5-1\ \mu\text{m}$).

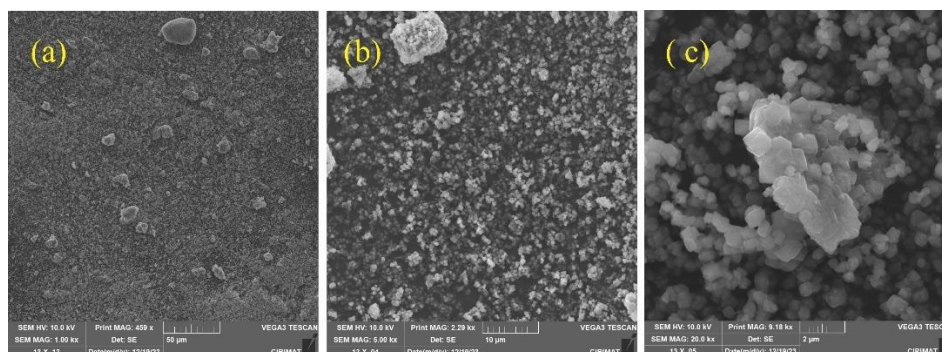


Figura 35. Micrografías de MEB (electrones secundarios), con barras de escala correspondientes a $50\ \mu\text{m}$ (a), $10\ \mu\text{m}$ (b) y $2\ \mu\text{m}$ (c).

6.4.3 Estudio textural.

En la Figura 36 se presenta la isoterma de adsorción-desorción de N_2 correspondiente a la muestra DX, representada tanto en escala lineal como en escala logarítmica. De acuerdo a la clasificación establecida por la IUPAC (Sing et al., 2008), el perfil obtenido corresponde a una isoterma Tipo I, caracterizada por su concavidad hacia el eje de presión relativa (P/P_0). Este tipo de isotermas son típicas de materiales microporosos, donde la adsorción a bajas presiones refleja el llenado de los microporos (Rouquerol et al., 1998) (Bardestani et al., 2019) (Sotomayor et al., 2018).

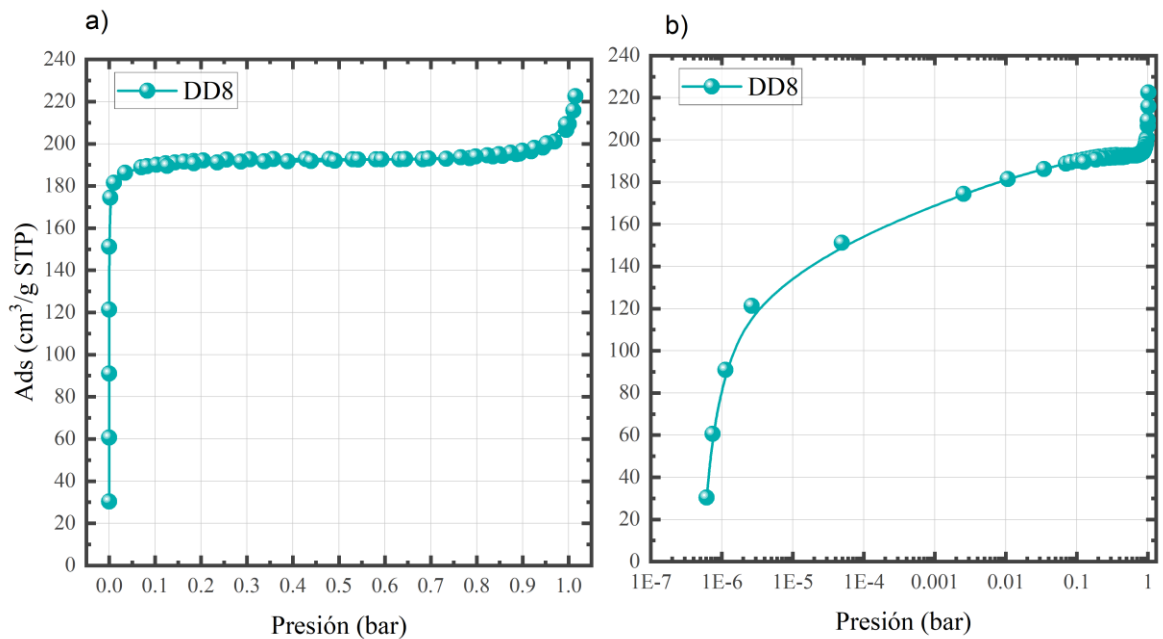


Figura 36. Isotherma de adsorción de N_2 a 77 K de la muestra DX a bajas presiones en a) escala lineal y b) escala logarítmica

Para cuantificar la porosidad del material, se realizó un análisis mediante la teoría de Brunauer-Emmett-Teller (BET) (Brunauer et al., 1938) (Brunauer et al. 1940), la cual permite determinar el área superficial total accesible al nitrógeno, la cual incluye, contribuciones de microporos, mesopóros, macroporos y la superficie externa. El cálculo arrojó un valor de área BET de $679.92 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$. Al comparar este resultado con los reportados en la literatura para zeolitas tipo FAU, se observa que el valor obtenido es superior al de

Celoria (Celoria et al., 2024) que obtuvo un área BET de $460 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y empleó un proceso de síntesis similar al de este trabajo obteniendo cristales de tamaño similar (Sección 4.3.2). Asimismo, supera los valores reportados por Ma (Ma et al., 2014), con $326 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ para una zeolita X pura que fue igualmente realizada con un proceso de síntesis similar a este trabajo de investigación. Resultados más cercanos fueron publicados por Caballero (Caballero et al., 2007) con $651 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y Zhang (Zhang et al. 2013) con $604 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, este último evaluando distintas condiciones de síntesis (temperatura, tiempo y relaciones molares), donde la mayor pureza cristalina coincidió con la máxima área superficial. Ismael (Ismael, 2010) reportó un valor similar de $668 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, aunque su difractograma de rayos X sugiere impurezas y una morfología cristalina distinta, lo que cuestiona la identificación inequívoca de la fase FAU. En contraste, Olaremu (Olairemu et al., 2018) (Olairemu & Adeola, 2018) obtuvo zeolitas con impurezas (fases Y, P, hidroxisodalita, anatasa y cuarzo) y áreas superficiales significativamente menores $35.70 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y $32.8 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, evidenciando que la presencia de fases secundarias reduce drásticamente la porosidad.

Adicionalmente al análisis BET, se aplicó el método-t (Boer et al., 1966), para conocer el área de meso y microporos. El área correspondiente a mesoporos (A_{meso}), calculada directamente mediante este método fue de $0.90 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, mientras que el área de microporos (A_{micro}) se estimó por la diferencia $A_{BET} - A_{meso}$, obteniéndose un valor de $679.02 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$. Estos valores confirman que la superficie accesible al N_2 está dominada casi en su totalidad por la microporosidad.

Para complementar el estudio textural, se determinó el volumen de microporos a partir del análisis de la isoterma con el método-t. Mientras que el volumen total de poros se calculó usando la conversión del volumen gaseoso adsorbido a una presión $P/P_0=0.99$ en su equivalente líquido. El volumen de microporos estimado fue de $29.75 \times 10^{-2} \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$, mientras que el volumen total fue de $34.44 \times 10^{-2} \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$. La diferencia observada entre ambos volúmenes se atribuye a la condensación capilar del gas nitrógeno en meso/macroporos a altas presión de saturación ($P/P_0 \sim 1$) (Bardestani et al., 2019).

6.4.3.1 Discusión comparativa de la Zeolita X (DX) con la Zeolita comercial adquirida de China.

El análisis comparativo de los difractogramas de rayos X entre la zeolita X sintetizada en este trabajo denominada DX y la muestra comercial adquirida denominada 13X-China, ver figura 37(a) en anexo C, reveló diferencias estructurales significativas. Se observó que los picos característicos de la zeolita DX presentan un desplazamiento no uniforme hacia ángulos 2θ más altos en comparación con los de la muestra comercial, lo que indica una contracción de la celda unitaria en nuestro material. Este comportamiento es consistente con lo reportado en la sección 5.4.1, por lo que se comparó la zeolita 13X - China con la tarjeta PDF de referencia 00-038-0237, ver figura 37 (b), que corresponde a una zeolita X con parámetro de red $a = 24.99 \text{ \AA}$ - idéntica a la primera zeolita X sintetizada por Milton en 1953 (Milton, 1952) - se confirma que la muestra comercial presenta una estructura más expandida que nuestro material DX.

El análisis por MEB reveló diferencias significativas en el tamaño de cristal entre la zeolita X sintetizada en este trabajo (DX) y la zeolita comercial 13X – China. Mientras los cristales de DX mostraron un tamaño $0.4 \mu\text{m} - 0.8 \mu\text{m}$, la zeolita 13X - China mostró un tamaño entre $2 \mu\text{m} - 3 \mu\text{m}$, ver figura 38 en anexo C. Así mismo, en esta última. por lo mismo de que su tamaño es relativamente grande se pueden apreciar de una mejor manera la forma octaédrica que es típica de la zeolita X.

La Figura 39, ver en el anexo C, presenta un análisis comparativo de las isotermas de adsorción – desorción de nitrógeno a 77K para las muestras DX y 13X-China, revelando diferencias fundamentales en sus propiedades texturales. La zeolita DX exhibió una isoterma Tipo I, característica de materiales puramente microporosos. En cambio, la muestra 13X - China presentó una isoterma híbrida de Tipo I combinado con Tipo II, donde, la Tipo I está asociado con materiales microporosos, mientras que el Tipo II se relaciona a la presencia de mesoporos (Sing et al., 2008) (Rouquerol, 1998). En el caso de la zeolita 13X - China, la existencia de los mesoporos puede deberse a que algunos materiales peletizados suelen estar constituidos de materiales aglutinantes adicionales que dan lugar a mesoporosidades. Esto tiene relación con el ciclo de histéresis que presenta dicha muestra, la cual es común en presencia de mesoporos.

De acuerdo con la estequiometría de la fórmula empírica calculada para la muestra DX en la sección 5.4.1, determinada mediante mapeo por la técnica de EDS, se obtuvo la composición $Al_{84.97}Na_{100.76}O_{384}P_{0.78}K_{0.57}Ca_{0.46}Ti_{0.66}Fe_{0.89}Si_{107.03}$, mientras que, para la zeolita 13X-China analizada mediante puntos específicos, la fórmula empírica resultó $Na_{22.62}[Al_{22.84}Si_{25.16}O_{96}]$, La relación Si:Al=1.26 en la muestra DX resultó superior a la de su análogo comercial, la zeolita 13X - China con relación Si: Al=1.10, lo cual, en principio, sugeriría una menor área superficial de microporos en DX, dado que una mayor relación Si:Al suele correlacionarse con una reducción en el área superficial, tal como se ha reportado en el trabajo de Najafi et al. (Najafi et al., 2023). Sin embargo, los resultados experimentales contradicen parcialmente esta expectativa, es probable que esta contradicción suceda porque el análisis químico fue realizado con una técnica de análisis semicuantitativo (EDS) por lo que no es precisa. Las isothermas de adsorción revelaron que el área superficial BET de DX fue de $679.92\text{ m}^2\text{g}^{-1}$ la cual supero ligeramente a la de la zeolita 13X - China que fue de $637.70\text{ m}^2\text{g}^{-1}$, tal como se muestra en la figura 40. Esta discrepancia podría atribuirse al tamaño de cristal, ya que, la morfología de DX, compuesta por cristales mas pequeños, ver figura 38 en anexo C, favorece una mayor área superficial accesible.

El analisis de el área de microporos obtenida al partir del método-t, ver figura 41 en el anexo C, confirmó una diferencia significativa en el área de microporos entre ambas muestras, con valores de $679.02\text{ m}^2\text{g}^{-1}$ para DX frente a $601.39\text{ m}^2\text{g}^{-1}$ para 13X-China. Esta notable diferencia indica que existe mayor cantidad de microporos en DX, hipótesis respaldada por los volúmenes de microporos obtenidos que, en el caso de DX con $29.75 \times 10^{-2}\text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ supera al de 13X-China. Estos resultados se resumen en la Tabla 7 del anexo C, los cuales, indican que a pesar de su mayor relación Si:Al, la zeolita DX sintetizada en el Laboratorio de Tecnología y Cerámicos presenta una estructura microporosa más desarrollada en comparación con su contraparte comercial. Esta observación se corrobora mediante las pruebas de capacidad de intercambio catiónico (CIC), realizadas en colaboración con investigadores del área de química. Los resultados mostraron que DX exhibe una CIC de 189.36 meq/g, valor considerablemente superior a la de la zeolita 13X china que presentó 101.45 meq/g.

6.5 Repetibilidad.

Para garantizar que las condiciones experimentales establecidas para la síntesis de la zeolita X (muestra DX) son reproducibles y no producto de un resultado fortuito, se realizaron nueve experimentos adicionales, cuyos difractogramas se presentan en la Figura 42 en el anexo D. Si bien no se llevó a cabo un análisis estadístico riguroso, como en la sección 5.4.1, para cuantificar el error entre cada síntesis debido a que algunas muestras fueron expuestas durante 15 minutos, mientras que otras lo fueron por 10 minutos, lo cual introduciría sesgos en los resultados, sin embargo, es posible realizar una evaluación cualitativa de las diferencias entre los productos obtenidos. Todos los difractogramas fueron adquiridos en el equipo de difracción de rayos X de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, el cual emplea una fuente de radiación con $\lambda = 1.789010 \text{ \AA}$. Cabe señalar que los nombres de las muestras no siguen una secuencia numérica continua, ya que algunas corresponden a experimentos paralelos no incluidos en este estudio

En muestras MM29, MM30, MM32, MM33, MM34, MM35, MM38 y MM39, se observa claramente el pico característico de la zeolita X en $2\theta \approx 7.30^\circ$, mientras que en otras síntesis este no es detectable. Este fenómeno puede atribuirse a factores instrumentales y de preparación de muestras, particularmente asociados al INEL Equinox 2000, que cuenta con un detector curvo. Se notó que cuando la muestra está excesivamente compactada y se gira el vidrio con el que se compacta durante la preparación, los cristales tienden a alinearse preferencialmente, lo que provoca que solo ciertos planos cristalinos, aquellos paralelos a la superficie, satisfagan la condición de Bragg y sean registrados por el detector. En este caso, el pico correspondiente a los planos (111) (ubicado $\approx 7.30^\circ$) puede "desaparecer" si estos planos quedan orientados perpendicularmente al haz de rayos X. Sin embargo, al no girar el vidrio con el que se compacta la muestra, se rompe esta alineación preferencial, permitiendo que una mayor cantidad de cristales expongan sus planos (111) al haz en diversos ángulos, lo que facilita su detección. Este efecto se ve acentuado por la combinación de un haz divergente y un detector fijo de geometría curva, donde pequeñas variaciones en la orientación de los cristalitas determinan si el pico cae dentro del rango angular captado por el arco detector (Suryanarayana & Grant Norton, 2013).

Por otro lado, en todas las síntesis se confirmó la formación de la fase de zeolita X, aunque solo en algunas muestras se observó una intensificación del pico ubicado en $2\theta \sim 14.58$. Los ligeros corrimientos angulares detectados en ciertos casos son atribuibles a las descalibraciones instrumentales notadas durante el periodo experimental, por lo que no pueden considerarse significativos desde el punto de vista estructural

6.6 Estudio de la transformación de fases.

El mecanismo de reacción involucrado en la síntesis de la zeolita X a partir de caolín mediante fusión alcalina puede describirse en cuatro etapas: mezcla de precursores, fusión alcalina, agitación y cristalización hidrotérmica. Para esta última etapa, se analizaron muestras recolectadas por alícuotas en los tiempos de 34, 90, 150 y 210 minutos, seleccionados con base en el comportamiento térmico obtenido mediante mediciones en tiempo real de la temperatura interna de la solución de reacción, ver figura 43, registradas por el reactor especialmente diseñado, figura 44.

La figura 43 muestra el gráfico obtenido de la temperatura interna de la solución, este gráfico muestra un comportamiento oscilatorio amortiguado alrededor de los 75-84°C, se puede observar en el recuadro verde de la figura 43, lo que se le llamó periodo de estabilización térmica del equipo, este comportamiento es típico de un sistema controlado por un PID que busca estabilizar la temperatura ante perturbaciones térmicas y retrasos en la respuesta del sistema (Mazzone, 2002). Inicialmente, el reactor alcanza rápidamente 84°C en el minuto 34, indicando una posible sobre oscilación del PID debido a una ganancia térmica proporcional alta. Las posteriores fluctuaciones, entre 73°C y 82°C, sugieren que el PID está ajustando la potencia de la parrilla pues la glicerina que tiene una alta capacidad calorífica actúa como amortiguador, pero introduce un retraso en la transferencia de calor entre la parrilla, el baño térmico y la solución. Esto crea un ciclo de retroalimentación donde el PID corrige en exceso, causando oscilaciones que se van atenuando hasta estabilizarse en 77°C a partir del minuto 126. Esto se asemeja a la respuesta de un sistema de segundo orden con amortiguamiento crítico, donde la constante de tiempo térmica del reactor (dependiente de la masa de la solución, la glicerina y la eficiencia del sellado) define la velocidad de

convergencia (Mazzone, 2002). La estabilización final indica que el PID logró equilibrar las pérdidas de calor, es decir, disipación a través del frasco, con el aporte de la parrilla.

La primera y segunda alícuotas se tomaron durante el periodo de estabilización térmica del equipo, la primera a los 34 minutos, ya que este tiempo corresponde al punto de máxima temperatura alcanzada durante la etapa de estabilización térmica del reactor, 84 °C. Y la segunda alícuota se recolectó a los 90 minutos, y las siguientes dos alícuotas se tomaron durante el periodo de estabilidad térmica.

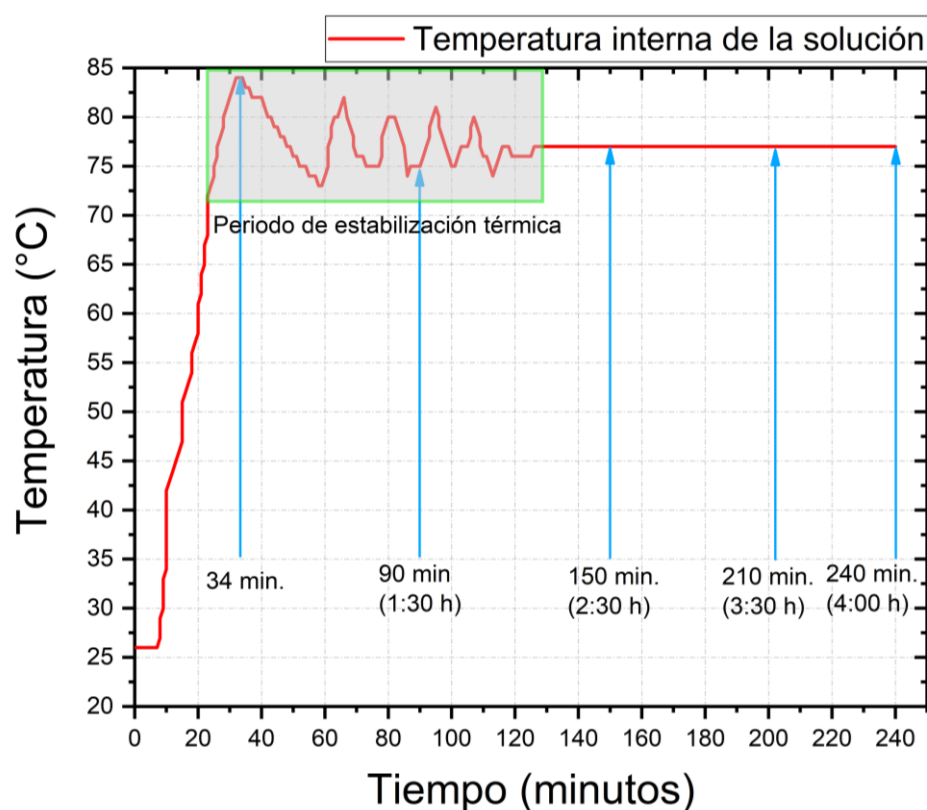


Figura 43. Gráfico de la temperatura real interna de la solución de reacción obtenido mediante el reactor especialmente diseñado. Las flechas azules marcan los tiempos en los que fueron tomadas las alícuotas para el análisis de transformación de fases

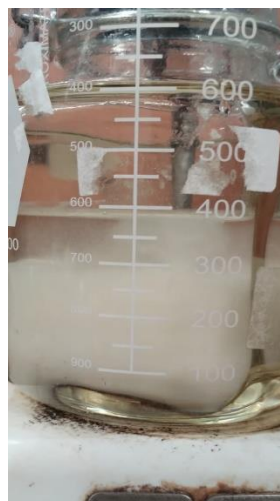


Figura 44. Se observa que el sensor de temperatura interna se encuentra en la solución de reacción.

6.6.1 Análisis de transformación de fases de las 4 etapas principales que conforman el protocolo establecido para la síntesis de la zeolita X.

Precursor natural.

El precursor natural utilizado para este estudio fue el material denominado CMB, caracterizado previamente en la sección 5.1. El análisis por DRX permitió identificar las fases cristalinas presentes en CMB, que fueron: caolinita, illita, cuarzo, ópalo y tridimita, figura 45 (1. CMB) y la figura 11(d) de la sección 5.2.

1.- Etapa inicial: Mezcla de precursores.

En esta etapa, se mezcló en seco el caolín CMB con pellets sólidos de NaOH en una relación másica de 1:2. El análisis por DRX de la mezcla seca, figura 45 (2. CMB + NaOH), muestra que al mezclar el caolín con NaOH no existe interacción química significativa, solo coexisten las fases cristalinas del caolín y el NaOH. Los picos con mayor intensidad corresponden al NaOH, debido al exceso en la relación másica, mientras que los picos del caolín permanecen inalterados, confirmando que su estructura laminar no ha sido alterada. Esto se debe a que, en estado sólido y a temperatura ambiente, la reacción álcali-silicato/aluminato no ocurre significativamente.

2.- Fusión alcalina: mecanismo de formación de precursores reactivos.

La fusión alcalina es un método convencional y ampliamente utilizado para descomponer materiales ricos en sílice y/o alúmina en presencia de un agente alcalino (Shigemoto et al., 1993), donde el álcali actúa como activador, favoreciendo la formación de especies solubles como aluminatos y silicatos (Khaleque et al., 2020). El caolín empleado en este trabajo de investigación es un material fuente rico en sílice y alúmina, mientras que el NaOH es el agente activador. A continuación, se propone un mecanismo de transformación que explica la formación de las especies solubles.

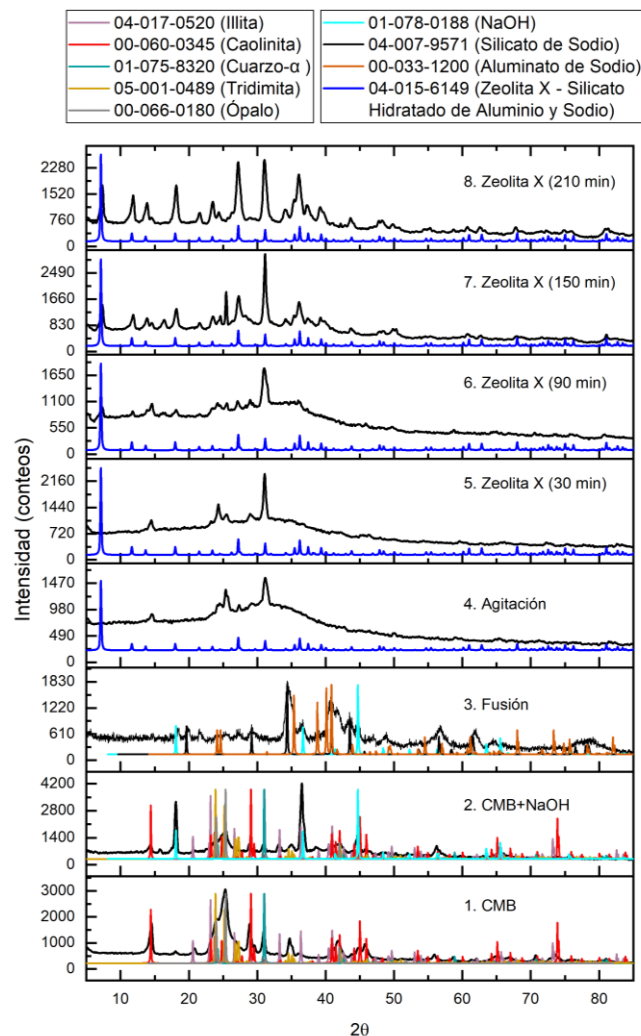
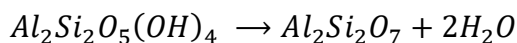


Figura 45. Gráfico de las etapas del mecanismo de transformación de fases en cada etapa perteneciente al protocolo de síntesis propuesto en este trabajo de investigación

Según estudios previos (Ptáček et al., 2011) la caolinita se descompone térmicamente a 450 °C, liberando grupos hidroxilo en forma de agua y transformándose en metacaolin mediante la siguiente reacción:



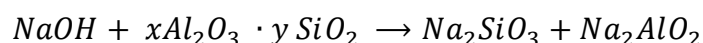
No obstante, en este trabajo, como ya se ha mencionado anteriormente, se empleó una temperatura de 200 °C, insuficiente para una deshidroxilación completa. A esta temperatura, solo ocurre la pérdida de agua superficial, un proceso físico reversible sin cambios químicos en la estructura del caolin. Este comportamiento ha sido reportado por Yanti & Pratiwi, quienes citan a Worrall quien afirma que la exposición de la caolinita a 105°C solo experimenta pérdida de humedad adsorbida, perseverando su integridad química y cristalina (Yanti & Pratiwi, 2018).

De manera similar, ocurre con las impurezas presentes en el sistema: el ópalo, la illita y la tridimita. El ópalo, a los 200°C, actúa como un material poroso que libera el agua atrapada en los poros o cavidades de la estructura amorfa de sílice (Thomas et al., 2015). Así mismo, la illita, solo pierde agua débilmente unida a su superficie (Araújo et al., 2004). Sin embargo, la tridimita, mantiene su integridad química, SiO_2 puro, y solo experimenta un ajuste estructural sin romper los enlaces Si-O (Nukui & Nakazawa, 1978), además, a esta temperatura el cuarzo sigue manteniendo su integridad estructural (Antao, 2016).

Respecto al comportamiento del NaOH, la literatura reporta que su punto de fusión se alcanza a los 318 °C, donde su estructura cristalina se transforma en un fundido iónico (Ge et al., 2025). Sin embargo, a 200 °C, como se evidencia en el difractograma de la figura 45 (3. Fusión), el NaOH no sufre una fusión completa, sino una disolución parcial, generando un producto compuesto por aluminato de sodio ($NaAlO_2$), silicato de sodio (Na_2SiO_3) y NaOH no consumido. Este fenómeno concuerda con estudios de dinámica molecular (Ge et al., 2025), los cuales demuestran que, a partir de los 150°C, se produce incremento en la amplitud de vibración de los iones Na^+ y OH^- , facilitando su movilidad parcial y permitiendo que los iones OH^- del NaOH ataquen a los grupos hidroxilo (-OH) del caolín. Este ataque conduce a la extracción de protones H^+ formando moléculas de agua H_2O , excepto en el cuarzo, donde la interacción es superficial debido a su estructura más estable. Al incrementar la temperatura la generación de moléculas de H_2O aumenta progresivamente.

Esta hipótesis se corrobora mediante los análisis por FRX, ver tabla 2 en sección 5.2, ya que, estos predicen que la pérdida por calcinación teórica para la cantidad utilizada de caolín es del 11.4 %, el valor experimental para la mezcla realizada fue de 1.2 g, confirmando la formación adicional de agua debido a la reacción química entre el NaOH y las fases del caolín.

Paralelamente, suceden otras interacciones, la extracción de H^+ genera sitios aniónicos ($\equiv Si - O^-$), que son inmediatamente neutralizados electrostáticamente por los iones Na^+ del NaOH parcialmente disuelto, favoreciendo la formación de aluminato y silicato de sodio, ver figura 46. La generación de estos precursores solubles $NaAlO_2$ y Na_2SiO_3 coincide directamente con los estudios realizados por Kondru [203] quien establece la reacción:



Estudios previos [136] respaldan que, en presencia de exceso de NaOH, se promueve la formación de fases más reactivas como el silicato de sodio y aluminato de sodio. Además, se producen reacciones secundarias en las impurezas, como en el caso de la illita, que su composición heterogénea que incluye K_2O , Na_2O , CaO y MgO (González & Delcruz, 2006) (Elgamouz et al., 2019) (Supandi et al., 2019) contribuyen a la formación de especies iónicas residuales.

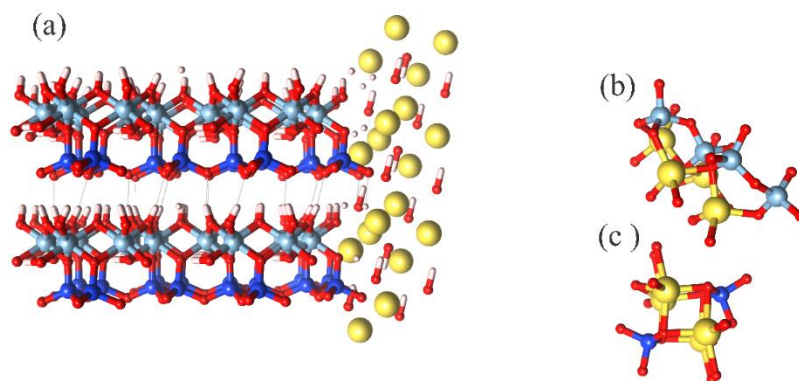


Figura 46. Esquema gráfico realizado por el autor, del mecanismo de formación de aluminato y silicato de sodio por ataque alcalino: (a) Extracción de H^+ del caolín genera sitios aniónicos ($\equiv Si - O^-$); (b) Neutralización electrostática por iones Na^+ del NaOH parcial

4.- Agitación por 48 horas: formación del gel reactivo y nucleación cristalina.

Los difractogramas presentados en las figuras 45 (4. Agitación) y 47, muestran que la dispersión del producto de la fusión alcalina (compuesto por silicato de sodio, aluminato de sodio y NaOH no consumido) en agua a temperatura ambiente bajo agitación constante genera un gel reactivo con composición $Na_x(AlO_2)_y(SiO_2)_z \cdot NaOH \cdot H_2O$, conforme a lo reportado por Ríos (Ríos et al., 1969) basado en los trabajos de Kondru (Kondru et al., 2011) quien fue quien lo propuso. En la figura 47, se observa que el difractograma muestra características amorfas predominantes, típicas de geles precursores zeolíticos (Ríos et al., 1969), aunque se detectan vestigios cristalinos de $NaAlO_2$ y Na_2SiO_3 . Estos residuos cristalinos desempeñan un papel fundamental como sitios de nucleación heterogénea acelerando la formación de dominios ordenados (Krachumram et al., 2021). Este comportamiento fue corroborado experimentalmente por Valtchev y Bozhilov (Valtchev & Bozhilov, 2004), quienes observaron que, en sistemas similares, la cristalinidad se evidenció por la aparición de algunos picos correspondientes a la estructura FAU, como en la figura 47.

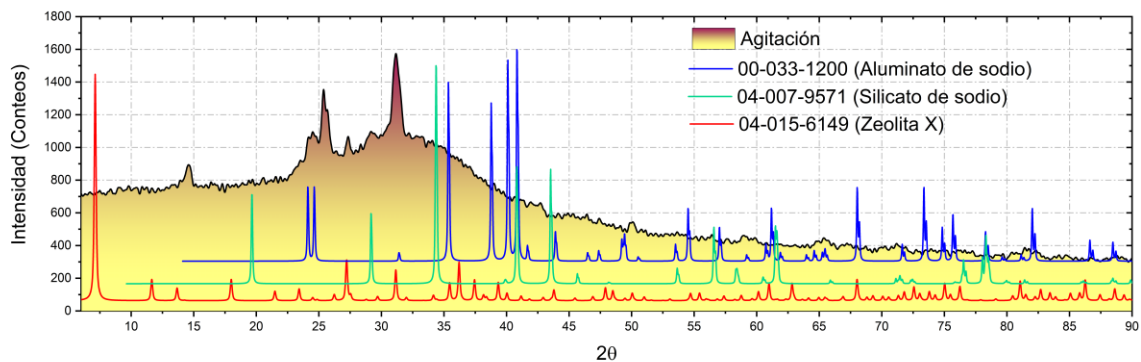
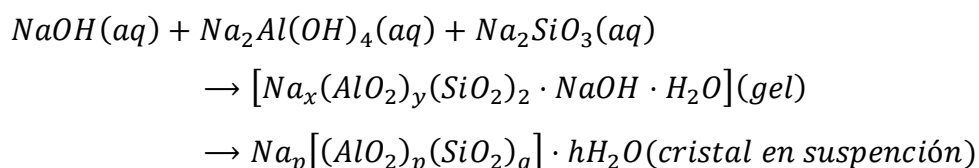
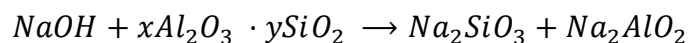


Figura 4737. Difractograma obtenido de la etapa de agitación.

Recientes investigaciones (Krachumram et al., 2021) han demostrado que el uso combinado de $NaAlO_2$ comercial en solución acuosa con NaOH combinado con Na_2SiO_3 en polvo como precursores permite sintetizar zeolitas NaX con propiedades mejoradas como mayor cristalinidad, área superficial y capacidad de adsorción de CO_2 , en comparación con sistemas que emplean silicato en solución y $Al(OH)_3$. La formación de agua durante la etapa de fusión alcalina, corroborada por los datos de FRX, no solo confirma la reacción química

entre el NaOH y los grupos hidroxilo del caolín, sino que también influye directamente en los procesos posteriores de hidrólisis durante la formación del gel precursor. Asimismo, el exceso de NaOH juega un papel fundamental al asegurar un medio altamente alcalino, el cual se midió $\text{pH} > 13$, lo que garantiza la estabilización del aluminio en su forma tetraédrica activa $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$, esencial para la construcción del marco zeolítico (Kondru et al., 2011). Por lo tanto, se puede asumir que la síntesis de la zeolita X se describe por el esquema de reacción descrito por Ojha (Ojha et al., 2004):



5.- Cristalización Hidrotermal (34–210 min).

Los análisis por DRX realizados a las alícuotas tomadas durante el tiempo de cristalización hidrotermal, ver figura 45 (5 – 8) revelan un mecanismo de transformación reconstructiva característico de sistemas zeolíticos, donde se observa una evolución progresiva desde el gel amorfo con sitios de nucleación hacia la fase cristalina de zeolita tipo X. Este proceso, reportado en estudios previos (Krachumram et al, 2021) (Valtchev & Bozhilov, 2004) (Darinchuluun et al., 2025), sigue una cinética de nucleación y crecimiento controlada por la reorganización de las unidades estructurales básicas (SBU) en el medio alcalino (Kovo et al., 2025).

Las etapas de nucleación fueron las siguientes:

- **34 min, figura 45(5):** El difractograma muestra predominio del fondo amorfo característico del gel precursor, con presencia de picos débiles correspondientes a fases transitorias, incluso es similar al difractograma de agitación, con la diferencia de una disminución de amorfo. Esta observación concuerda con lo reportado por (Darinchuluun et al., 2025), donde se describe la persistencia de especies amorfas durante la etapa inicial de inducción.

- **90 min, figura 45(6):** Emerge claramente el pico característico (111) a $d \approx 14.16 \text{ \AA}$ ($2\theta \approx 7.25^\circ$), que corresponde a la formación de cavidades sodalita interconectadas.
- **150 min:** Intensificación de picos característicos ubicados en $2\theta \approx 7.25^\circ, 11.76^\circ, 13.83^\circ, 14.47^\circ, 16.38^\circ, 17.97^\circ, 21.48^\circ, 23.40^\circ, 24.35^\circ, 27.22^\circ, 31.05^\circ, 34.08^\circ, 36^\circ, 37.27^\circ$ y 39.19° , aunque con defectos estructurales.
- **210 min:** Cristalinidad completa, con todos los picos indexables a la fase de zeolita X con numero de la referencia PDF 04-015-6149.

6.7 Pruebas con otros caolines y condiciones óptimas.

En la Figura 48 en el Anexo E se presentan los difractogramas de los productos obtenidos mediante el mismo protocolo experimental de síntesis, variando únicamente la fuente de caolín natural (CME, CMR y CMD), utilizando CMB como referencia. El análisis comparativo revela diferencias significativas en la cristalinidad y pureza de fase de la zeolita X obtenida

El producto de referencia, DX, sintetizado a partir del caolín CMB, exhibe un patrón de difracción bien definido, con una línea de base prácticamente plana y paralela al eje angular, lo que indica una alta cristalinidad. Por su parte, el caolín CME, de composición similar a CMB, genera la misma fase de zeolita X, con posiciones angulares idénticas a las del patrón de referencia. No obstante, se observa una ligera variación en la morfología de los picos entre $23^\circ - 27^\circ$, posiblemente asociada a diferencias menores en la distribución de tamaños cristalinos o a tensiones reticulares.

En el caso del caolín CMR, se detectan alteraciones más pronunciadas en las intensidades relativas de los picos, lo que sugiere posibles diferencias en la ocupación de sitios cristalográficos. Asimismo, se observa un incremento en el background, indicativo de una mayor presencia de fase amorfa.

Finalmente, el caolín CMD, cuya composición química es cercana a la del caolín ideal, de acuerdo a lo presentado en el apartado 5.1, presenta picos adicionales no atribuibles

a la zeolita X, junto con el background más elevado de todos los sistemas analizados. Esto sugiere un contenido amorfo probablemente debido a la menor reactividad del precursor

Influencia de la temperatura

Se evaluó el efecto de reducir la temperatura durante la fusión alcalina a 180 °C, manteniendo las demás condiciones del protocolo experimental. Como se observa en la Figura 52 en el anexo E, esta temperatura no fue suficiente para favorecer las interacciones químicas necesarias discutidas en el apartado 5.6.1, obteniéndose un producto que conserva la fase original del caolín.

Influencia de la etapa de agitación en la síntesis

Adicionalmente, se realizó un experimento eliminando el proceso de agitación, conservando el resto de los parámetros. Los resultados se muestran en la Figura 53 en el anexo E, estos presentan la formación de cancrinita en lugar de zeolita X, lo que confirma que la agitación es un factor crítico en el proceso. Esto se debe a que el NaOH actúa como activador de los núcleos de zeolita X al promover un medio alcalino homogéneo, tal como se discute en el apartado 5.6.1.

7 CONCLUSIONES.

El protocolo de síntesis propuesto en este trabajo demostró ser efectivo para la obtención de zeolita X con alta cristalinidad y elevado grado de pureza. A diferencia de los métodos reportados en la literatura, este protocolo destaca por:

1. Simplicidad y sostenibilidad:
 - Reduce el número de etapas de procesamiento en comparación con otros métodos, lo que se traduce en un menor consumo energético.
 - Elimina la necesidad de emplear ácidos en el proceso, minimizando riesgos químicos y residuos.
 - Como contraparte, requiere un tiempo de agitación prolongado para garantizar la homogeneización del sistema.
2. Selección del precursor:
 - Los caolines CMB y CM3 fueron los materiales más adecuados, obteniéndose los mejores resultados en términos de cristalinidad y pureza de fase.
 - Los caolines CMR y CME también permitieron la síntesis de zeolita X, aunque con mayor presencia de fases secundarias, lo que sugiere su viabilidad bajo ajustes específicos en las condiciones de síntesis.
3. Control cinético y morfología cristalina:
 - El tamaño cristalino reducido observado se atribuye a un mecanismo de nucleación acelerada, favorecido por el sistema de reactor diseñado. Este sistema incorpora un control PID que regula la temperatura de la parrilla en función de la temperatura interna de la solución de reacción, optimizando la cinética del proceso.

➤ La morfología obtenida confiere al material una mayor área superficial, propiedad determinante para aplicaciones en catálisis, adsorción o intercambio iónico.

8 REFERENCIAS

- Abatal, M., Córdova Quiroz, A. V., Olguín, M. T., Vázquez-Olmos, A. R. Vargas, J., Anguebes-Franseschi, F. & Giacomán-Vallejos, G. (2019) Sorption of Pb(II) from aqueous solutions by acid-modified clinoptilolite-rich tuffs with different Si/Al ratios. *Appl. Sci. (Basel)*. 9(12). 2415, 2019. <https://doi.org/10.3390/app9122415>
- Abdellaoui, Y., Ibrahimi, B. E., Ahrouch, M., Kassab, Z., Kaim Billah, R. E., Coppel, Y., Lopez-Maldonado, E. A., Abou Oualid, H., Díaz de León, J. N., Leiviska, T., Giacomán-Vallejos, G. & Gamero-Melo, P. (2024). New hybrid adsorbent based on APTES functionalized zeolite W for lead and cadmium ions removal: Experimental and theoretical studies. *Chem. Eng. J.* 499. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.156056>
- Abdullahi, T., Harun, Z., & Othman, M. H. D. (2017). A review on sustainable synthesis of zeolite from kaolinite resources via hydrothermal process. *Adv. Powder Technol.* 28(8). 1827–1840. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2017.04.028>
- Abrioux, C., Coasne, B., Maurin, G., Henn, F., Jeffroy, M. & Boutin, A. (2009) Cation behavior in faujasite zeolites upon water adsorption: A combination of Monte Carlo and molecular dynamics simulations. *J. Phys. Chem. C Nanomater. Interfaces*. 113(24). <https://doi.org/10.1021/jp902274t>
- Algieri, C., Bernardo, P., Barbieri, G. & Drioli, E. (2009). A novel seeding procedure for preparing tubular NaY zeolite membranas. *Microporous Mesoporous Mater.* (119) (1–3). 129–136. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2008.10.008>
- Aliyu, S. Rathilal, S. I. Mustapha, R. Musamali, y E. K. Tetteh, (2023) Hydrothermal synthesis of kaolin-based ZSM-5 zeolite: Effect of synthesis parameters and its application for bioethanol conversion, *Catal. Commun.*, vol. 182, núm. 106750, p. 106750.
- Alvarez-Aguíñaga, E. A., Elizalde-González, M. P. & García-Díaz, E. (2023). Handleable TiO₂-coated zeolitic material for photodecomposition of caffeine boosted by urine matrix. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 30. 75089–75103. <https://doi.org/10.1007/s11356-023-27490-4>
- Amarasena, L., Weerasooriya, R., Bandara, A. & Jayarathna, L. (2024). Exploring depletion of volatile organic compounds (VOCs) in the air using Faujasite zeolite catalysts from fundamental to advanced. *Discov Atmos* 2, 9. <https://doi.org/10.1007/s44292-024-00013-7>
- Andrade, E., Solís, C., Aceves, J.M. Miranda, R., Cruz, J., Rocha, M. F. & Zava, E. P., (2008). Characterization of natural and modified zeolites using ion beam analysis techniques. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B.* 266(10). 2379–2382. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2008.03.078>
- Antao, (2016) Quartz: structural and thermodynamic analyses across the $\alpha \leftrightarrow \beta$ transition with origin of negative thermal expansion (NTE) in β quartz and calcite, *Acta Crystallogr. B Struct. Sci. Cryst. Eng. Mater.*, vol. 72, núm. Pt 2, pp. 249–262.
- Antúnez-García, J. Galván, D.H., Petranovskii, V., Murrieta-Rico, F. N., Yocupicio-Gaxiola, R. I., Shelyapina, M. G. & Fuentes-Moyado, S. (2021). The effect of chemical composition on the properties of LTA zeolite: A theoretical study. *Comput. Mater. Sci.* 196. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2021.110557>
- Antúnez-García, J. Galván, D.H., Petranovskii, V., Murrieta-Rico, F. N., Yocupicio-Gaxiola, R. I., Shelyapina, M. G. & Fuentes-Moyado, S. (2022). “Aluminum distribution in mordenite-zeolite framework: A new outlook based on density functional theory calculations”, *J. Solid State Chem.* 306. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2021.122725>

- Antúñez-García, J., Petranovskii, V., Murrieta-Rico, F. N., Yocupicio-Gaxiola, R. I., Shelyapina, M. G. & Fuentes-Moyado, S. (2024). Investigating patterns in aluminum distribution and stability in mordenite zeolite structure: Analysis and theoretical conclusions from existing experimental data. *J. Solid State Chem.* 331. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2024.124548>
- Antúñez-García, J., Yocupicio-Gaxiola, R. I., Reyes Serrato, A., Petranovskii, V., Murrieta-Rico, F. N., Shelyapina, M. G. & Fuentes-Moyado, S. (2023). A theoretical study of the effect of exchange cations in surface of ZSM-5 lamellar zeolites. *J. Solid State Chem.* 317. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2022.123725>
- Aparicio-Vázquez, S., Fall, C., Islas-Espinoza, M., Alcántara, D., Petranovskii, V. & Olguín, M. T. (2021). Influence of experimental conditions to obtain silver-modified zeolite-rich tuffs on the antimicrobial activity for *Escherichia coli* suspended in aqueous media. *Environ. Technol. Innov.* 23. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.101707>
- Araújo, N. F. da Silva, W. Acchar, y U. U. Gomes, (2004) Thermal decomposition of illite, *Mater. Res.*, vol. 7, núm. 2, pp. 359–361.
- Ayele, J. Pérez-Pariente, Y. Chebude, y I. Díaz, (2016). Conventional versus alkali fusion synthesis of zeolite A from low grade kaolin, *Appl. Clay Sci.*, vol. 132–133, pp. 485–490.
- Baerlocher, Ch., McCusker, L. B., & Olson, D. H. (2007). *Atlas of zeolite framework types* (6th ed.). Elsevier. https://www.iza-structure.org/books/Atlas_5ed.pdf
- Bardestani, G. S. Patience, y S. Kaliaguine, (2019) Experimental methods in chemical engineering: specific surface area and pore size distribution measurements—BET, BJH, and DFT”, *Can. J. Chem. Eng.*, vol. 97, núm. 11, pp. 2781–2791.
- Barnes, J. Addai-Mensah, y A. R. Gerson (1999). The mechanism of the sodalite-to-cancrinite phase transformation in synthetic spent Bayer liquor. *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 31, núm. 3, pp. 287–302.
- Barragán-Peña, P., Macedo-Miranda, M. G. & Olguin, M. T. (2021). Cadmium removal from wastewater in a fixed-bed column system with modified-natural clinoptilolite-rich tuff. *Chem. Pap.* 75. 485-491. <https://doi.org/10.1007/s11696-020-01314-y>
- Barrer, R. M. (1948). Synthesis of a zeolitic mineral with chabazite-like sorptive properties. *J. Chem. Soc.* 127–132. <https://doi.org/10.1039/JR9480000127>
- Barrer, R. M., Baynham, J. W., Bultitude, F. W. & Meier, W. M. (1959) “36. Hydrothermal chemistry of the silicates. Part VIII. Low-temperature crystal growth of aluminosilicates, and of some gallium and germanium analogues”, *J. Chem. Soc.* <https://doi.org/10.1039/JR9590000195>
- Barrientos-Hernández, F.R., García-Ramírez, M., Reyes-Valderrama, María I., Juárez-Tapia, J., Reyes-Pérez, M., Álvarez-Álvarez, X. & Fuentes-Trejo, K. L. (2024). Characterization of a Zeolite Obtained by Means of a Hydrothermal Synthesis Process. In: Peng, z., Zhang, M., Li, J., Li, B., Neves Monteiro, S., Soman, R., Hwang, J-Y., Eren Kalay, Y., Escobedo-Diaz, J. P., Carpenter, J. S., Brown, A. D. & Ikhmayies, S. (2024). Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2024. *The Minerals, Metals & Materials Series*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-031-50304-7_31
- Baur & Fischer, (2008) A historical note on the sodalite framework: The contribution of Frans Maurits Jaeger, *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 116, núm. 1–3, pp. 1–3.
- Baur, W. H. (1964). On the cation and water positions in faujasite. *American Mineralogist*, 49(5–6). 697-704.

Bergerhoff, G., Baur, W.H. and Nowacki, W. N. *Jb. Miner. Mh.*, 193-200 (1958).

Berrelleza-Valdez, F., Parades-Aguilar, J., Peña-Limón, C. E., Certucha-Barragán, M. T., Gámez-Meza, N., Serrano-Palacios, D., Medina-Juárez, L. A. & Calderón, K. (2019). A novel process of the isolation of nitrifying bacteria and their development in two different natural lab-scale packed-bed bioreactors for trichloroethylene bioremediation. *J. Environ. Manage.* 241. 211–218. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.04.037>

Bhatia, S. (2020). *Zeolite catalysts: Principles and applications* (1st ed.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781003068389> (Obra original publicada en 1989)

Bilgiç, C., Hoşgün, S. & Çiftci, A. (2025). Hydrothermal synthesis and characterization of zeolite A and zeolite X from kaolinite, fly ash, slag and their application in hydrogen generation systems on NaBH₄ hydrolysis. *Int. J. Hydrogen Energy*. 109. 742–752. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.02.171>

Błoński, P., Birczyński, A., Lalowicz, Z. T., Datka, J. & Łodziana, Z. (2015). Structure of the hydroxyl groups and adsorbed D₂O sites in the DX zeolite: DFT and experimental NMR data. *J. Phys. Chem. C Nanomater. Interfaces*. 119(33). 19548–19557. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.5b06259>

Boer, B. C. Lippens, B. G. Linsen, J. C. P. Broekhoff, A. van den Heuvel, y T. J. Osinga, (1966) Thet-curve of multimolecular N₂-adsorption, *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 21, núm. 4, pp. 405–414.

Breck, D. W., Eversole, W. G., Milton, R. M. Reed, T. B. & Thomas, T. L. (1956). Crystalline zeolites. I. the properties of a new synthetic zeolite, type A. *J. Am. Chem. Soc.* 78(23). 5963–5972. <https://doi.org/10.1021/ja01604a001>

Breck, D.W. (1974) *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Wiley & Sons, New York.

Broach, R. W. (2010). Zeolite types and structures.. En S. Kulprathipanja (Ed.), *Zeolites in industrial separation and catalysis* (pp. 27–59). Wiley – VHC <https://doi.org/10.1002/9783527629565.ch1>

Broussard., L. & Shoemaker, D. P. (1960). The structures of synthetic molecular sieves”, *J. Am. Chem. Soc.* 82(5). 1041–1051. <https://doi.org/10.1021/ja01490a007>

Brunauer, L. S. Deming, W. E. Deming, y E. Teller, (1949) On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 62, núm. 7, pp. 1723–1732

Brunauer, P. H. Emmett, y E. Teller, (1938) Adsorption of gases in multimolecular layers, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 60, núm. 2, pp. 309–319.

BurrueI-Ibarra, S.E., Salas-Juarez, Ch. J., Gil-Tolano, M.I., Ramos-Velazquez, J.P., Soria-Hernández, J.I., García-Haro, A.R., Alvarado-Ibarra, J., Brown-Bojorquez, F., Moreno-Corral, R. & Melendrez, R. (2023). Thermoluminescence radiation dosimetry in Sonoran zeolite exposed to beta particle irradiation., *Radiat. Phys. Chem.* 203. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2022.11063>

Caballero, F. G. Colina, y J. Costa, (2007) Synthesis of X-type zeolite from dealuminated kaolin by reaction with sulfuric acid at high temperature, *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 46, núm. 4, pp. 1029–1038.

Caballero-Dorantes, C. A., Gutiérrez-Arzaluz, M., Rangel-Contreras, V., Mugica-Álvarez, V., Fernández-Sánchez, L., & Torres-Rodríguez, M. (2023). Remoción de iones fluoruro con materiales de fácil adquisición. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 11(Especial5), 191–196. <https://doi.org/10.29057/icbi.v11iEspecial5.11743>

Calderón Velázquez, M. del C. (2004). *Mineralogía, petrografía química de las rocas volcánicas zeolitizadas del Estado de Oaxaca: Implicación económica* [Tesis Maestría]. Instituto Politécnico Nacional. <https://es.scribd.com/doc/243587616/254-MINERALOGIA-PETROGRAFIA-Y-QUIMICA-DE-LAS-ROCAS-VOLCANICAS-ZEOLITIZADAS-DEL-ESTADO-DE-OAXACA-IMPLICACION-ECONOMICA-pdf>

Canet, C., & Prol-Ledesma, R. M. (2006). Procesos de mineralización en manantiales hidrotermales submarinos someros. Ejemplos en México. *Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana*, 58(1), 83-102. <https://doi.org/10.18268/bsgm2006v58n1a3>

Čejka, J., van Bekkum, H., Corma, A., & Schüth, F. (Eds.). (2007). *Introduction to zeolite science and practice* (3rd ed.). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(07\)X8057-3](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(07)X8057-3)

Celoria, G., Begni, F., Paul, G., Boccaleri, E., Merlo, V., Marchese, L. & Bisio, Ch. (2024). Zeolites derived from natural kaolinite for CO₂ adsorption, *Processes (Basel)*. 12(1). 194. <https://doi.org/10.3390/pr12010194>

Chandrasekhar & Pramada. (2018) “Microwave assisted synthesis of zeolite A from metakaolin”, *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 108, núm. 1–3, pp. 152–161.

Chávez-Urbiola, E. A., Díaz-Guzmán, D., Rangel-Vargas, E., Legorreta-García, F., López-Grimaldo, A. M., Trujillo-Villanueva, L. E., Reyes-Cruz, V. E. & Fuentes-Hernández, D. Characterization and suitability of Mexican rocks as natural fertilizers for preharvest tomato plant growth (2025), *Pol. J. Environ. Stud.* 34(3). 2049–2061.

DOI: <https://doi.org/10.15244/pjoes/187603>

Chen, X., Wang, Y., Wang, Ch., Xu, J., Li, T., Yue, Y., Bi., X., Jiang, L. & Bao, X. (2023) Synthesis of NaA zeolite via the mesoscale reorganization of submolten salt depolymerized kaolin: A mechanistic study, *Chem. Eng. J.*, 454 <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.140243>

Chukanov, N. V., Aksenov, S. M. & Rastsvetaeva, R. K. (2021). Structural chemistry, IR spectroscopy, properties, and genesis of natural and synthetic microporous cancrinite- and sodalite-related materials: A review. *Microporous Mesoporous Mater.* 323. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2021.111098>

Colella, C. (2005). Natural zeolites. En J. Čejka y H. van Bekkum (Eds.), *Zeolites and ordered mesoporous materials: Progress and prospects* (Vol. 157, pp. 13–40). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(05\)80004-7](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(05)80004-7)

Cronstedt, A. F. (1756). Rön och beskrifning om en obekant bärg art, som kallas zeolites. *Kongliga Vetenskaps Academiens Handlingar*.

Darinchuluun, H. Peng, J. Vaughan, y J. Vogrin, (2025) Anion effect on zeolite X synthesis and its phase transformation, *Miner. Eng.*, vol. 228, núm. 109343, p. 109343, 2025.

Dávila-Rangel, J. I. & Solache-Ríos, M. J., (2008). Cadmium leaching from thermal treated and gamma irradiated Mexican aluminosilicates. *J. Nucl. Mater.* 380(1–3). 120–125. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.07.024>

Dempsey, E., Kuehl, G. H. & Olson, D. H. (1969). Variation of the lattice parameter with aluminum content in synthetic sodium faujasites. Evidence for ordering of the framework ions. *J. Phys. Chem.* 73(2). 387–390. <https://doi.org/10.1021/j100722a020>

Depmeier, (2005). The sodalite family - A simple but versatile framework structure, *Rev. Miner. Geochem.*, vol. 57, núm. 1, pp. 203–240.

Dewi, H. Agusnar, Z. Alfian, y Tamrin, (2018). Characterization of technical kaolin using XRF, SEM, XRD, FTIR and its potentials as industrial raw materials *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1116, p. 042010.

Díaz Guzmán, D., Zurita Álvarez, M. del C., Legorreta García, F., Pérez González, N. K., Chávez Urbiola, E. A. & Ramírez Cardona, M. . (2022). Caracterización de una zeolita obtenida por el método de fusión alcalina con caolín silicoso. *Tópicos De Investigación En Ciencias De La Tierra Y Materiales*, 9(9), 81–86. <https://doi.org/10.29057/aactm.v9i9.9429>

Díaz Guzmán, D., Legorreta-García, F., Pérez González, N. K., Flores Zamora, M. I., Vargas Ramírez, M., & Reyes Cruz, V. E. (2020b). ¿Heulandita o Clinoptilolita? Identificación de dos zeolitas naturales isoestructurales. *Tópicos De Investigación En Ciencias De La Tierra Y Materiales*, 7(7), 79–84. <https://doi.org/10.29057/aactm.v7i7.6205>

Díaz Guzmán, D., Legorreta-García, F., Trujillo-Villanueva, L. E., Pérez-González, N. K., Zamora-Hernández, S. V., Chávez-Urbiola, E. A., Reyes-Cruz, V. E. (2026). Mineralogical Characterization and Agronomic Evaluation of Zeolite, Phosphate Rock, and Perlite Mixtures as *Substrates for Lettuce Cultivation*. *Polish Journal of Environmental Studies*. Aceptado para su publicación.

Díaz-Guzmán, D., Legorreta-García, F., Pérez-González, N. K., Flores-Zamora, M. I., Vargas-Ramírez, M. ., & Reyes-Cruz, V. E. (2020a). Breve crónica y aplicación de dos criterios de apoyo para la identificación de una clinoptilolita. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 8(Especial), 33–40. <https://doi.org/10.29057/icbi.v8iEspecial.6296>

Dimas Rivera, G. L., Martínez Hernández, A., Pérez Cabello, A. F., Rivas Barragán, E. L., Liñán Montes, A., Flores Escamilla, G. A., Sandoval Rangel, L., Suarez Vázquez, S. I. & De Haro Del Río, D. A. (2021). Removal of chromate anions and immobilization using surfactant-modified zeolites. *J. Water Proc. Engineering*, 39. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101717>

Domenzain-Gonzalez, J., Castro-Arellano, J. J., Galicia-Luna, L. A., Rodriguez-Cruz, M., Hernandez-Lopez, R. T., & Lartundo-Rojas, L. (2021). Photocatalytic membrane reactor based on Mexican Natural Zeolite: RB5 dye removal by photo-Fenton process. *J. Environ. Chem. Eng.* 9(4). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105281>

El Hady *et al.*, (2024). Mineralogy, geochemistry, origin, and potential industrial applications of kaolin deposit from Hassi Abyad, Mauritania. *J. Afr. Earth Sci.*, vol. 214, núm. 105243, p. 105243, 2024.

Elgamouz, N. Tijani, I. Shehadi, K. Hasan, y M. Al-Farooq Kawam, (2019) Characterization of the firing behaviour of an illite-kaolinite clay mineral and its potential use as membrane support, *Heliyon*, vol. 5, núm. 8, p. e02281.

Elizalde-González, M. P., Mattusch, J., Einicke, W.-D. & Wennrich, R. (2001). Sorption on natural solids for arsenic removal. *Chem. Eng. J.* 81(1–3). 187–195. [https://doi.org/10.1016/S1385-8947\(00\)00201-1](https://doi.org/10.1016/S1385-8947(00)00201-1)

Ennaert, T., Van Aelst, J., Dijkmans, J., De Clercq, R., Schutyser, W., Dusselier, M., Verboekend, D. & Sels, B. F. (2016). Potential and challenges of zeolite chemistry in the catalytic conversion of biomass. *Chem. Soc. Rev.* 45(3). 584–611. <https://doi.org/10.1039/C5CS00859J>

Esaifan *et al.*, (2019) Synthesis of hydroxy-sodalite/cancrinite zeolites from calcite-bearing kaolin for the removal of heavy metal ions in aqueous media, *Minerals (Basel)*, vol. 9, núm. 8, p. 484.

Espejel Ayala, F., Reyes-Vidal, Y., & Hernández Palomares, A. (2021). Natural and synthetic zeolites for the removal of heavy metals and metalloids generated in the mining industry. En M. P. Shah, S. R. Couto, & V. Kumar (Eds.), *New trends in removal of heavy metals from industrial wastewater* (pp. 631–648). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/C2019-0-04585-2>.

Espejel-Ayala, F., Schouwenars, R., Durán-Moreno, A. & Ramírez-Zamora, R. M. (2014). Use of drinking water sludge in the production process of zeolites. *Res Chem Intermed* 40, 2919–2928. <https://doi.org/10.1007/s11164-013-1138-8>

Feng *et al.*, (2025) Synergistic solidification of radioactive waste salts by thermal synthesis of sodalite derived from kaolinite. *Sep. Purif. Technol.*, vol. 369, núm. 132842, p. 132842.

Feng, M., Kou, Z., Tang, C., Shi, Z., Tong, Y. & Zhang, K. (2023). Recent progress in synthesis of zeolite from natural clay. *Appl. Clay Sci.* 243. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2023.107087>

Férey, G. (2008, printemps-été). Les solides nanoporeux, des matériaux multifonctionnels [Nanoporous solids, multifunctional materials]. *La Lettre de l'Académie des sciences*, (23), 2–9. <https://www.academie-sciences.fr/pdf/lettre/lettre23.pdf>

Feuerstein, M., Engelhardt, G., McDaniel, P. L., MacDougall, J. E. & Gaffney, T. R. (1998). Solid-state nuclear magnetic resonance investigation of cation siting in LiNaLSX zeolites. *Microporous Mesoporous Mater.* 26(1–3). 27–35. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(98\)00211-X](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(98)00211-X)

Fischer & Baur, (2009) Symmetry relationships of sodalite (SOD) – type crystal structures, *Z. Krist.*, vol. 224, núm. 4, pp. 185–197.

Flanigen, E. M. (1991). Zeolites and molecular sieves: An historical perspective. En H. van Bekkum, E. M. Flanigen & J. C. Jansen (Eds.), *Studies in surface science and catalysis* 58 (pp. 13–34). Elsevier Science B.V. [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(08\)63599-5](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(08)63599-5)

Flanigen, E. M., Broach, R. W., & Wilson, S. T. (2010). Introduction. En S. Kulprathipanja (Ed.), *Zeolites in industrial separation and catalysis* (pp. 1–26). Wiley-VCH. <https://doi.org/10.1002/9783527629565.ch1>

Friedel, G. (1899). Nouveaux essais sur les zéolithes [New experiments on zeolites]. *Bulletin de la Société française de Minéralogie.* 22(1-2), 5–17. https://www.persee.fr/doc/bulmi_0366-3248_1896_num_19_8_2440

Frasing, T. & Leflaive, P. (2008). Extraframework cation distributions in X and Y faujasite zeolites: A review. *Microporous Mesoporous Mater.* 114(1–3). 27–63. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2007.12.024>

García-Hernández, F., Legorreta-García, J., Valdez-Sierra, L. E., Ibarra-Cruz, N. K., Pérez-González, y D. Díaz-Guzmán, (2022) Arcillas caoliníferas: elaboración de geopolímeros con arena de caolín”, *PÁDI bol. cient. cienc. básicas ing. ICBI*, vol. 10, pp. 102–108

Ge *et al.*, (2025). Understanding the alkali fusion activation mechanism of quartz treated by sodium hydroxide at atomic level”, *Chem. Phys.*, vol. 591, núm. 112586, p. 112586.

Ge, M., Moeen, Q., Tian, J., Xu, J., y K. Feng, (2020) Highly effective removal of Pb²⁺ in aqueous solution by Na-X zeolite derived from coal gangue, *Environ. Sci. Pollut. Res. Int.*, vol. 27, núm. 7, pp. 7398–7408.

GlobeNewswire. (s.f.). *Home*. ION Analytics. Recuperado el 7 de febrero de 2026, de <https://www.globenewswire.com/>

Gómez, J. M., Montes, ., Díez, E. & Rodríguez, A. (2022). Mesoporous low silica X (MLSX) zeolite: Mesoporosity in loewenstein limit?. *Microporous Mesoporous Mater.* 330. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2021.111618>

Gonzalez & Delcruijz, (2006) Bleaching of kaolins and clays by chlorination of iron and titanium, *Appl. Clay Sci.*, vol. 33, núm. 3–4, pp. 219–229.

González-Rodríguez, L. M., Pérez-Durán, N. A., Loredó-Cancino, M., Flores-Escamilla, G. A. & Haro-Del Río, D. A. (2019). Synthesis of zeolite LTA using an agro-industrial residue as the SiO₂ precursor and evaluating its effectiveness in the removal of copper ions from water. *Desalination Water Treat.*, 144, 156–165. <https://doi.org/10.5004/dwt.2019.23535>

Gougazeh y J.-C. Buhl (2014) Synthesis and characterization of zeolite A by hydrothermal transformation of natural Jordanian kaolin, *J. Assoc. Arab Univ. Basic Appl. Sci.*, vol. 15, núm. 1, pp. 35–42

Guerrero-Olvera, M. G., Legorreta-García, F., Díaz-Guzmán, D., Chávez-Urbiola, E. A., Vargas-Ramírez, M., & Pérez-González, N. K. (2022). Síntesis de zeolita L a partir de zeolita natural por el método de fusión alcalina-hidrotermal. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 10(Especial7), 15–20. <https://doi.org/10.29057/icbi.v10iEspecial7.9748>

Guo *et al.* (2024) Crystal structure transformation and lattice impurities migration of quartz during chlorine roasting, *Int. J. Min. Sci. Technol.*, vol. 34, núm. 10, pp. 1465–1474, 2024.

Gusenius, E. M. (1969). Beginnings of greatness in Swedish chemistry (II) Axel Fredrick cronstedt (1722-1765). *Trans. Kans. Acad. Sci.* 72(4). 476-485. <https://doi.org/10.2307/3627648>

He, Y., Tang, S., Yin, S. & Li, S. (2021). Research progress on green synthesis of various high-purity zeolites from natural material-kaolin. *J. Clean. Prod.* 306. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127248>

Heller-Kallai y I. Lapidés, (2007) Reactions of kaolinites and metakaolinites with NaOH—comparison of different samples (Part 1), *Appl. Clay Sci.*, vol. 35, núm. 1–2, pp. 99–107.

Hernández-Fydrych, V. C., Fajardo-Ortiz, M. Del C. & Salazar-Peláez, M. L. (2022). Performance evaluation and kinetics modeling of a hybrid UASB reactor treating bovine slaughterhouse wastewater. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 29. 80994–81005. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-21532-z>

Huirache-Acuña, R., Rivera-Muñoz, E. M., Pawelec, B., Ostrooumov, M., Maya-Yescas, R., & Rico, J. L. (2014). The use of a natural Mexican zeolite as support of NiMoW sulphide hydrotreating catalysts. *Catal. Today.* 220–222. 301–309. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2013.07.019>

Ibarra-Cruz, L. E., Legorreta-García, F., Valdez-Sierra, J., Pérez-González, N. K., Díaz-Guzmán, D., & García-Hernández, A. L. (2021). Síntesis de Zeolitas tipo Gismondina empleando desechos urbanos e industriales. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 9(Especial2), 201–206. <https://doi.org/10.29057/icbi.v9iEspecial2.7999>

Ismael, (2010) Synthesis and characterization of zeolite X obtained from kaolin for adsorption of Zn(II), *Chin. J. Geochem.*, vol. 29, núm. 2, pp. 130–136.

Jarrin, T., Bruin, T. & Chizallet, C. (2023). Stability and acidity of sites at the external surface and at point defects of faujasite. *ChemCatChem.* 15(3). <https://doi.org/10.1002/cctc.202201302>

Johnson, E. B. G. & Arshad, S. E. (2014). Hydrothermally synthesized zeolites based on kaolinite: A review. *Appl. Clay Sci.* 97–98. 215–221. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2014.06.005>

Kamgang Djioke, C. G. Fotsop, G. Kamgang Youbi, S. C. Nwanonenyi, E. E. Oguzie, y C. Ada Madu (2024) Efficient removal of pharmaceutical contaminant in wastewater using low-cost zeolite 4A derived from kaolin: Experimental and theoretical studies, *Mater. Chem. Phys.*, vol. 315, núm. 128994, p. 128994.

Khaleque, A., Masruck Alam, Md., Hoque, M., Mondal, S., Bin Haider J., Xu, B., Jahir, M.A.H., Krishna Karmakar, A., Zhou, J. L., Boshir Ahmed, M. & Ali Moni, M. (2020). Zeolite synthesis from

low-cost materials and environmental applications: A review. *Environ. Adv.*, 2. <https://doi.org/10.1016/j.envadv.2020.100019>

Kloprogge, J. (2019) *Spectroscopic methods in the study of kaolin minerals and their modifications*, 2019a ed. Cham, Suiza: Springer Nature.

Komvokis, V., Tan, L. X. L., Clough, M., Pan, S. S., & Yilmaz, B. (2016). Zeolites in fluid catalytic cracking (FCC). En F.-S. Xiao & X. Meng (Eds.), *Zeolites in sustainable chemistry: Synthesis, characterization and catalytic applications* (pp. 271–297). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-662-47395-5_8

Kondru, Pradeep Kumar, Tjoon Tow Teng, Shri Chand, Kailas L. Wasewar, (2011) Synthesis and characterization of Na-Y zeolite from coal fly ash and its effectiveness in removal of dye from aqueous solution by wet peroxide oxidation, *ARCH. ENVIRON. SCI*, vol. 5, pp. 46–54.

Kovo, S. M. Holmes, C. A. Rios, A. J. Otaru, A. S. Abdulkareem, y V. C. Eluwa, (2025) Synthesis of zeolites from different kaolin deposits worldwide, *Appl. Clay Sci.*, vol. 269, núm. 107757, p. 107757.

Krachumram, K. C. Chanapatttharapol, y N. Kamonsutthipajit, (2021) Synthesis and characterization of NaX-type zeolites prepared by different silica and alumina sources and their CO₂ adsorption properties, *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 310, núm. 110632, p. 110632.

Kwakye-Awuah, E. Von-Kiti, I. Nkrumah, R. Erdoo Ikyreve, I. Radecka, y C. Williams, (2016) Parametric, equilibrium, and kinetic study of the removal of salt ions from Ghanaian seawater by adsorption onto zeolite X, *Desalination Water Treat.*, vol. 57, núm. 45, pp. 21654–21663.

Langford, (1978) Scherrer after sixty years: A survey and some new results in the determination of crystallite size”, *Journal of Applied Crystallography*, vol. 11, pp. 102–113.

Lapshin & Vasiléva, (2008) Structure of sulfur complexes in zeolite NaX(S), *Glass Phys Chem*, vol. 34, pp. 742–748.

Lara, (1986) *Fundamentos de cristalografía física*.

Legorreta-García, F., Valdez-Sierra, J., Chávez-Urbiola, E. A., Ramírez-Cardona, M., Reyes-Cruz, V. E. & Pérez-Labra, M. (2024). Análisis de la transformación del caolín de Hidalgo en zeolita cancrinita y fases secundarias por el método hidrotermal. *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.* 63(4). 268–278. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2024.02.002>

Leyva Ramos, R., Sánchez Castillo, M. A., Hernández Sánchez, M. V. & Guerrero Coronado, R. M. (2001). Remoción de metales pesados de solución acuosa por medio de clinoptilolitas naturales. *Revista Internacional De Contaminación Ambiental.* 17(3). 129–136. Recuperado a partir de <https://www.revistascca.unam.mx/rica/index.php/rica/article/view/25522>

Leyva-Ramos, R., Jacobo-Azuara, A., Diaz-Flores, P. E., Guerrero-Coronado, R. M., Mendoza-Barron, J., & Berber-Mendoza, M. S. (2008). Adsorption of chromium(VI) from an aqueous solution on a surfactant-modified zeolite. *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.* 330(1). 35–41. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.07.025>

Leyva-Ramos, R., Monsivais-Rocha, J.E., Aragon-Piña, A., Berber-Mendoza, M.S., Guerrero-Coronado, R.M., Alonso-Davila, P. & Mendoza-Barron, J. (2010). Removal of ammonium from aqueous solution by ion exchange on natural and modified chabazite. *J. Environ. Manage.* 91(12). 2662–2668. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.07.035>

- Li, X. Zeng, X. Yang, C. Wang, y X. Luo, (2015) Synthesis of pure sodalite with wool ball morphology from alkali fusion kaolin, *Mater. Lett.*, vol. 161, pp. 157–159.
- Lim, W.R., Lee, C. H. & Hamm, S.Y. (2021). Synthesis and characteristics of Na-A zeolite from natural kaolin in Korea. *Mater. Chem. Phys.* 261. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124230>
- Lima, E., Martínez-Ortiz, M. J., Fregoso, E., & Méndez-Vivar, J. (2007). Capturing natural chromophores on natural and synthetic aluminosilicates. En R. Xu, Z. Gao, J. Chen, & W. Yan (Eds.), *From Zeolites to Porous MOF Materials - The 40th Anniversary of International Zeolite Conference: Proceedings of the 15th International Zeolite Conference* (pp. 2110–2115). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(07\)81107-4](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(07)81107-4)
- Lima, R. C., Bieseki, L., Vinaches Melguizo, P., & Castellã Pergher, S. B. (2019). Zeolites: What are they? En R. C. Lima, L. Bieseki, P. Vinaches Melguizo, & S. B. Castellã Pergher (Autores), *Environmentally friendly zeolites: Synthesis and source materials* (pp. 1–19). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-030-19970-8_1
- Llanes-Monter, M. M., Olgúin, M. T. & Solache-Ríos, M. J. (2007). Lead sorption by a Mexican, clinoptilolite-rich tuff. *Environ. Sci. Pollut. Res. Int.* 14(6). 397–403. <https://link.springer.com/article/10.1065/espr2006.10.357>
- Luévano-Hipólito, E., Torres-Martínez, L. M. & Fernández-Trujillo, A. (2021). Ternary ZnO/CuO/Zeolite composite obtained from volcanic ash for photocatalytic CO₂ reduction and H₂O decomposition. *J. Phys. Chem. Solids.* 151. <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2020.109917>
- Ma, T., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C. & Li, D. (2014). Synthesis and characterization of 13X zeolite from low-grade natural kaolin. *Adv. Powder Technol.* 25(2). 495–499. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2013.08.002>
- Macedo-Miranda, M. G. & Olgúin, M. T. (2007). Arsenic sorption by modified clinoptilolite–heulandite rich tuffs. *J Incl Phenom Macrocycl Chem.* 59(1–2). 131–142. <https://link.springer.com/article/10.1007/s10847-007-9306-3>
- Maciver, V. P., Dagde, K. K. & Konne, J. L. (2020) Synthesis of zeolite X from locally sourced kaolin clay from Kono-boue and chokocho, rivers state, Nigeria. *Adv. Chem. Eng. Sci.* 10(4). 399–407. [10.4236/aces.2020.104025](https://doi.org/10.4236/aces.2020.104025)
- Maldonado, M. D. Oleksiak, S. Chinta, y J. D. Rimer, (2013). Controlling crystal polymorphism in organic-free synthesis of Na-zeolites”, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 135, núm. 7, pp. 2641–2652.
- Market Research Future. (2023). Synthetic zeolites market size, share, growth. Recuperado el 6 de junio de 2024, de <https://www.marketresearchfuture.com/reports/synthetic-zeolites-market-5018>
- MarketsandMarkets. (2025). Synthetic zeolites market. Recuperado de <https://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/synthetic-zeolite-market-74181103.html>
- Martín, A. J., Mondelli, C., Jaydev, S. D. & Pérez-Ramírez, J. (2021). Catalytic processing of plastic waste on the rise. *Chem.* 7(6). 1487–1533. <https://doi.org/10.1016/j.chempr.2020.12.006>
- Martinez-Nuñez, C. E., Delgado-Beleño, Y., Cortez-Valadez, M., Flores-López, N. S., Flores-Acosta, M. & Castellón-Barraza, F. F. (2017). Non-resonant enhancement mechanism in SERS effect due to copper oxide quantum dots stabilized in synthetic zeolite F9-NaX. *Mater. Chem. Phys.* 211. 150–159. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.12.075>

- Mazzone, V. (2002). *Controladores PID*. Control Automático 1, Universidad Nacional de Quilmes. <https://www.eng.newcastle.edu.au/~jhb519/teaching/caut1/Apuntes/PID.pdf>
- McBain, J. W. (1932). *The sorption of gases and vapours by solids*. G. Routledge. (Twentieth-Century Chemistry). <https://ia601208.us.archive.org/6/items/dli.ernet.474932/474932-The%20Sorption%20Of%20Gases%20And%20Vapours%20By%20Solids.pdf>
- McCusker, L. B., Liebau, F. & Engelhardt, G. (2003). Nomenclature of structural and compositional characteristics of ordered microporous and mesoporous materials with inorganic hosts (IUPAC recommendations 2001). *Microporous Mesoporous Mater.* 58(1). 3–13. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(02\)00545-0](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(02)00545-0)
- Medeiros Costa, I. C. (2019). *Adsorption/diffusion interplay in hierarchical zeolites: Understanding the role of external surface and additional porosity* [Thèse de doctorat, Université de Lyon]. TEL. <https://theses.hal.science/tel-02168674>
- Medina, A., Gamero, P., Almanza, J. M., Vargas, A., Montoya, A., Vargas, G. & Izquierdo, M. (2010). Fly ash from a Mexican mineral coal. II. Source of W zeolite and its effectiveness in arsenic (V) adsorption. *J. Hazard. Mater.* 181(1–3). 91–104. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.04.102>
- Mendoza-Barrón, J., Jacobo-Azuara, A., Leyva-Ramos, R., Berber-Mendoza, Ma. S., Guerrero-Coronado, R. Ma., Fuentes-Rubio, L., Martínez-Rosales, J. M. (2010). Adsorption of arsenic (V) from a water solution onto a surfactant-modified zeolite. *Adsorption (Boston)*. 17(3). 489–496. <https://link.springer.com/article/10.1007/s10450-010-9307-1>
- Millini, R., & Bellussi, G. (2017). Chapter 1: Zeolite science and perspectives. En J. Čejka, R. E. Morris, & P. Nachtigall (Eds.), *Zeolites in catalysis: Properties and applications* (pp. 1–36). Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/9781788010610>
- Milton, R. M. (1989). Molecular sieve science and technology: A historical perspective. En M. L. Occelli & H. E. Robson (Eds.), *Zeolite synthesis* (pp. 1–10). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/bk-1989-0398.ch001>
- Milton, R.M. (1959) Molecular Sieve Adsorbents. US Patent 2882244. <https://patents.google.com/patent/US2882244A/en>
- Mintova, S. (Ed.). (2016). *Verified syntheses of zeolitic materials* (3rd revised ed.). Synthesis Commission of the International Zeolite Association. https://www.iza-structure.org/IZA-SC/verified_syntheses/Introduction_Verified_Syntheses_of_Zeolites-3rd-Edition-2016.pdf
- Moreno-Recio, M., Santamaría-González, J. & Maireles-Torres, P. (2016). Brønsted and Lewis acid ZSM-5 zeolites for the catalytic dehydration of glucose into 5-hydroxymethylfurfural. *Chem. Eng. J.* 303. 22–30. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.05.120>
- Moreno-Torres, J. A., Espejel-Ayala, F., Ramírez-Bon, R. & Coutino-Gonzalez, E. (2024). Sustainable strategies to synthesize small-pore NaP zeolites using natural minerals. *J. Mater. Sci.*, 59(2). 423–434. <https://doi.org/10.1007/s10853-023-09218-4>
- Mortier, W. J., Bosmans, H. J. & Uytterhoeven, J. B. (1972). Location of univalent cations in synthetic zeolites of the Y and X type with varying silicon to aluminum ratio. II. Dehydrated potassium exchanged forms. *J. Phys. Chem.* 76(5). 650–656. <https://doi.org/10.1021/j100690a022>

- Mumpton, F. A. (1973). First reported occurrence of zeolites in sedimentary rocks of Mexico. *American Mineralogist*. 58(3-4_Part_1). 287–290. https://pubs.geoscienceworld.org/msa/ammin/article-abstract/58/3-4_Part_1/287/542766/First-reported-occurrence-of-zeolites-in?redirectedFrom=fulltext
- Najafi, S. Soltanali, y H. Ghassabzadeh, (2023) Enhancing the CO₂, CH₄, and N₂ adsorption and kinetic performance on FAU zeolites for CO₂ capture from flue gas by metal incorporation technique, *Chem. Eng. J.*, vol. 468, núm. 143719, p. 143719
- Nasiri et al., (2023) Modified Scherrer equation to calculate crystal size by XRD with high accuracy, examples Fe₂O₃, TiO₂ and V₂O₅, *Nano Trends*, vol. 3, núm. 100015, p. 100015.
- Nukui & Nakazawa, (1978) Thermal changes in monoclinic tridymite, *American Mineralogist*, pp. 1252–1259.
- Ojha, N. C. Pradhan, y A. N. Samanta, 82204) Zeolite from fly ash: synthesis and characterization, *Bull. Mater. Sci. (India)*, vol. 27, núm. 6, pp. 555–564.
- Olaremu, A. G. & Adeola, A. O. (2018). Synthesis of faujasite zeolite (Z) for adsorption of cationic dye from textile waste water. *International Journal of Modern Research in Engineering & Management*. 1(5). 7-13. <https://journals.indexcopernicus.com/api/file/viewByFileId/406503>
- Olaremu, A. G., Odebunmi, E., Nwosu, F. O., Adeola, A. & Abayomi, T. (2018). Synthesis of zeolite from kaolin clay from erusu akoko southwestern. *Journal Of Chemical Society Of Nigeria*. 43(3). <https://journals.chemsociety.org.ng/index.php/jcsn/article/view/188>
- Olguín, M. T., Solache-Ríos, M., Acosta, D., Bosch, P. & Bulbulian, S. (1999). Uranium sorption in zeolite X: the valence effect. *Microporous Mesoporous Mater.* 28(3). 377–385. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(98\)00306-0](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(98)00306-0)
- Olson, D. H. (1969). The crystal structure of the zeolite hydrogen faujasite. *J. Catal.* 13(2). 221–231. [https://doi.org/10.1016/0021-9517\(69\)90395-9](https://doi.org/10.1016/0021-9517(69)90395-9)
- Olson, D. H. (1995). The crystal structure of dehydrated NaX. *Zeolites*. 15(5). 439-443. [https://doi.org/10.1016/0144-2449\(95\)00029-6](https://doi.org/10.1016/0144-2449(95)00029-6)
- Ortega-Aguirre, S., Díaz-Nava, M. D. C., Solache-Ríos, M. J. & Illescas, J. (2018). Alginate-iron modified zeolite beads biocomposite for removal of azo dye from water medium. *MRS Adv.* 3(63). 3769–3773. <https://doi.org/10.1557/adv.2018.642>
- Ortega-Aguirre, S., Díaz-Nava, M.C., Solache-Ríos, M., Muro, C., Alvarado, Y., García-Sánchez, J.J. & Pinedo-Hernández, S.Y. (2022). Effect of alginate on the removal of yellow 6 by a biopolymer-ferric zeolite composite. *Sep. Purif. Technol.* 292. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.120971>
- Ostrooumov, M. (2006). Zeolitas de México: Diversidad Mineralógica y Aplicaciones. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. <https://www.mineralog.net/wp-content/uploads/2011/09/ZeolitasMexico.pdf>
- Ostrooumov, P. Cappelletti, y R. de'Gennaro, (2012) Mineralogical study of zeolite from New Mexican deposits (Cuitzeo area, Michoacan, Mexico), *Appl. Clay Sci.*, vol. 55, pp. 27–35, 2012.
- Otieno, S., Kowenje, C., Kengara, F. & Mokaya, R. (2021). Effect of kaolin pre-treatment method and NaOH levels on the structure and properties of kaolin-derived faujasite zeolites. *Mater. Adv.* 2(18). 5997–6010. <https://doi.org/10.1039/D1MA00449B>

- Paderco-Mendoza, J. M., Legorreta-García, F. ., Pérez-González, N. K., & Díaz-Guzmán, D. (2023). Análisis preliminar de la reducción del Na^+ y K^+ y el suministro de $\text{Mg}^{(2+)}$ y $\text{Ca}^{(2+)}$ en agua residual. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 10(20), 141–144. <https://doi.org/10.29057/icbi.v10i20.10168>
- Paredes-Aguilar, J., Reyes-Martínez, V., Bustamante, G., Almendáriz-Tapia, F. J., Martínez-Meza, G., Vílchez-Vargas, R., Link, A., Certucha-Barragán, M. T. & Calderón K. (2021). Removal of nickel(II) from wastewater using a zeolite-packed anaerobic bioreactor: Bacterial diversity and community structure shifts. *J. Environ. Manage.*, 279. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111558>
- Pasabeyoglu, P. & Akata, B. (2025) .Calcination effects on meta-forms of kaolin and halloysite: Role of Al-Si spinel crystallization in zeolite synthesis. *Microporous Mesoporous Mater.* 391. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2025.113626>
- Pasabeyoglu, P., Moumin, G., de Oliveira, L., Roeb, M. & Akata, B. (2023). Solarization of the zeolite production: Calcination of kaolin as proof-of-concept. *J. Clean. Prod.* 414. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.137611>
- Passos *et al.* (2017) Synthesis and characterization of sodalite and cancrinite from kaolin, en *Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2017*, Cham: Springer International Publishing, pp. 279–288
- Pavlovich-Cristopulos, G., Schiavo, B., Romero, F. M. Hernández-Mendiola, E., Angulo-Molina, A., & Meza-Figueroa, D. (2023). Oral bioaccessibility of metal(oid)s in commercial zeolite used as a dietary supplement: Implications to human health risk. *J. Food Compost. Anal.* 115, <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2022.104990>
- Pecharsky, V. .K y P. Zavalij, (2008) *Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials, second edition*, 2a ed. Nueva York, NY, Estados Unidos de América: Springer, 2008
- Pérez González, N. K., Rodríguez García, M. G., Legorreta García, F., Díaz Guzmán, D., Chávez Urbiola, E. A., & Vargas Ramírez, M. (2022). Síntesis de nanoestructuras de CuO usando la zeolita tipo X como soporte. *Tópicos De Investigación En Ciencias De La Tierra Y Materiales*, 9(9), 30–34. <https://doi.org/10.29057/aactm.v9i9.9428>
- Pérez-González, N. K., Díaz-Guzmán, D., Vargas-Ramírez, M., Legorreta-García, F., Chávez-Urbiola, E. A., Trujillo-Villanueva, L. E. & Ramírez-Cardona, M. (2024). Interzeolite conversion of a clinoptilolite-rich natural zeolite into merlinoite. *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.* 63(4). 279–293. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2024.04.001>
- Pérez-González, N. K., Legorreta-García, F., Díaz-Guzmán, D., Vargas-Ramírez, M., Flores-Zamora, M. I., & Reyes-Cruz, V. E. (2020). Determinación de las Características Físico-Químicas de una Zeolita Natural. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 8(Especial), 14–18. <https://doi.org/10.29057/icbi.v8iEspecial.6297>
- Piedra López, J. G., González Pichardo, O. H., Pinedo Escobar, J. A., de Haro del Río, D. A., Inchaurregui Méndez, H. & González Rodríguez, L. M. (2021). Photocatalytic degradation of metoprolol in aqueous medium using a TiO_2 /natural zeolite composite. *Fuel (Lond.)*. 284. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119030>
- Polisi, M., Grand, J., Arletti, R., Barrier, N., Komaty, S., Zaarour, M., Mintova, S. & Vezzalini, G. (2019). CO_2 adsorption/desorption in FAU zeolite nanocrystals: In situ synchrotron X-ray powder diffraction and in situ Fourier transform infrared spectroscopic study. *J. Phys. Chem. C Nanomater. Interfaces.* 123(4). 2361–2369, 2019. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.8b11811>

- Ptáček, F. Šoukal, T. Opravil, J. Havlica, y J. Brandštetr, (2011) The kinetic analysis of the thermal decomposition of kaolinite by DTG technique, *Powder Technol.*, vol. 208, núm. 1, pp. 20–25.
- Reed, T. B. & Breck, D. W. (1956). Crystalline zeolites. II. Crystal structure of synthetic zeolite, type A. *J. Am. Chem. Soc.* 78(23). 5972–5977. <https://doi.org/10.1021/ja01604a002>
- Reeve, P. J. & Fallowfield, H. J. (2018). Natural and surfactant modified zeolites: A review of their applications for water remediation with a focus on surfactant desorption and toxicity towards microorganisms. *J. Environ. Manage.* 205. 253–261. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.09.077>
- Reyes, C. Williams, y O. M. C. Alarcón, (2013). Nucleation and growth process of sodalite and cancrinite from kaolinite-rich clay under low-temperature hydrothermal conditions, *Mater. Res.*, vol. 16, núm. 2, pp. 424–438
- Ríos, C. D. Williams, y O. M. Castellanos, (1969) Cristalización de zeolitas Na-A y Na-X bajas en sílice a partir de la transformación de caolín y obsidiana por fusión alcalina, *Ing. Compet.*, vol. 14, núm. 2, pp. 125–137.
- Rivera-Garza, M., Olgúin, M. T., García-Sosa, I., Alcántara, D. & Rodríguez-Fuentes, G. (2000). Silver supported on natural Mexican zeolite as an antibacterial material. *Microporous Mesoporous Mater.* 39(3). 431–444. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(00\)00217-1](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(00)00217-1)
- Rouquerol, F. Rouquerol, y K. Sing, (1998) *Adsorption by powders and porous solids: Principles, methodology and applications*. San Diego, CA, Estados Unidos de América: Academic Press,
- Ruiz-Zamora, E., Rivera De la Rosa, J., Solis Maldonado, C., Lucio-Ortiz, C. J., De Haro Del Río, D. A. Garza-Navarro, M. A., Sandoval-Rangel, L., Morales-Leal, F. J. & Wi, S. (2022). Siliceous self-pillared pentasil (SPP) zeolite with incorporated phosphorus groups in catalytic formation of butadiene by dehydrated cyclization of tetrahydrofuran: Study of catalyst stability by NMR and REDOR análisis. *Appl. Catal. A Gen.*, 640. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2022.118648>
- S&P Global. (s.f.). *Chemical Economics Handbook® (CEH)*. Recuperado el 7 de febrero de 2026, de <https://www.spglobal.com/energy/en/products-solutions/chemicals/chemical-economics-handbooks-ceh>
- Salih, A. M., Williams, C. & Khanaqa, P. (2019). Synthesis of zeolite Na-LSX from Iraqi natural kaolin using alkaline fusion prior to hydrothermal synthesis technique. *UKH J. Sci. Eng.* 3(1). 10–17. 10.25079/ukhjse.v3n1y2019.pp10-17
- Secretaría de Economía. (2022). *Perfil de mercado del caolín 2022*. Dirección General de Desarrollo Minero. https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/692303/3_Perfil_Caol_n_2021_T.pdf
- Servín de Dios, F., Ramírez Morales, E., Arellano Cortaza, M. C., Pérez Hernández, G., Miranda Mandujano, E. V., López Alejandro, E. M. & Rojas Blanco, L. (2023). Improvement of photocatalysis using ZnO/zeolite nanocomposites for contaminant removal in aqueous media. *Desalination Water Treat.* 312. 79–88. <https://doi.org/10.5004/dwt.2023.29961>
- Shigemoto, H. Hayashi, y K. Miyaura, (1993) Selective formation of Na-X zeolite from coal fly ash by fusion with sodium hydroxide prior to hydrothermal reaction”, *J. Mater. Sci.*, vol. 28, núm. 17, pp. 4781–4786.
- Sing *et al.*, (2008) Reporting physisorption data for gas/solid systems, *Handbook of Heterogeneous Catalysis*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 15-mar-2008.
- Sircar, S., & Myers, A. L. (2003). Gas separation by zeolites. En S. M. Auerbach, K. A. Carrado, & P. K. Dutta (Eds.), *Handbook of zeolite science and technology* (pp. 1366–1418). Marcel Dekker, Inc. <https://doi.org/10.1201/9780203911167>

Smith, J. V. (1974). Faujasite-type structures: Aluminosilicate framework: Positions of cations and molecules: Nomenclature. En E. M. Flanigen & L. B. Sand (Eds.), *Molecular sieve zeolites-I* (pp. 171–200). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/ba-1971-0101.ch015>

Solefack Feudjio, F. D., Fotsop, C. G., Tchuifon Tchuifon, D. R., Ndi, J. N., Ntieche, R. A., Ngomo, H. M., & Yilmaz, M. (2025). Tunable water vapor adsorption properties on ion exchange microporous zeolite Na-X derived from natural kaolin. *Inorganic Chemistry Communications*, 177. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2025.114379>

Soonmin, H. (2024). Review on current research of fabrication, properties and applications in zeolite. En D.-W. Jung (Ed.), *Proceedings of the 5th International Conference on Metal Material Processes and Manufacturing (ICMMPM 2023)* (pp. 94–109). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-981-97-1594-7>

Sotomayor, K. Cychosz, y M. Thommes, (2018) Characterization of micro / mesoporous materials by physisorption : Concepts and case studies.

Structure Commission of the International Zeolite Association (IZA-SC). (s.f.). *FAU: Type material (Faujasite)*. Database of Zeolite Structures. Recuperado el 11 de febrero de 2025, de https://europe.iza-structure.org/IZA-SC/material_tm.php?ID=93

Supandi, Z. Zakaria, E. Sukiyah, y A. Sudradjat, (2019) The Influence of Kaolinite - Illite toward mechanical properties of Claystone”, *Open Geosci.*, vol. 11, núm. 1, pp. 440–446.

Suryanarayana & Grant Norton, (2013) *X-ray diffraction: A practical approach*. Nueva York, NY, Estados Unidos de América: Springer.

Tang, X.-Z. Xie, Y.-X. Huang, Y. Pan, y J.-X. Mi, (2022) Phase diagram for hydrothermal alkali activation of kaolin and quartz: Optimal digestion for the synthesis of zeolites”, *Mater. Chem. Phys.*, vol. 290, núm. 126570, p. 126570.

Thomas, K. Heide, y M. Földvari, (2015) Water and hydrogen release from perlites and opal: A study with a directly coupled evolved gas analyzing system (DEGAS), *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 120, núm. 1, pp. 95–101.

Trejo Bustillos, P. R., & Vázquez-Rodríguez, G. A. (2022). Evaluación preliminar del potencial descontaminante de un óxido de manganeso soportado en mordenita. *Renewable Energy, Biomass & Sustainability*, 3(2). 10-18. <https://doi.org/10.56845/rebs.v3i2.47>

Vaca Mier, M., López Callejas, R., Gehr, R., Jiménez Cisneros, B. E. & Alvarez, P. J. J. (2001). Heavy Metal Removal with Mexican Clinoptilolite: Multi-Component Ionic Exchange, *Water Res.*35(2). 373–378. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(00\)00270-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(00)00270-0)

Valtchev & Bozhilov, (2004) Transmission electron microscopy study of the formation of FAU-type zeolite at room temperature, *J. Phys. Chem. B*, vol. 108, núm. 40, pp. 15587–15598.

Vasconcelos *et al.* (2025) Synthesis of peroxidase@zeolite NaY complex from kaolin waste and Bactris gasipaes Kunth and use for 2-methoxyphenol oxidation”, *Mater. Lett.*, vol. 382, núm. 137896, p. 137896.

Verboekend, D., Nuttens, N., Locus, R., Van Aelst, J. Verolme, P., Groen, J. C., Pérez-Ramírez, J. & Selsa, B. F. (2016). Synthesis, characterisation, and catalytic evaluation of hierarchical faujasite zeolites: milestones, challenges, and future directions. *Chem. Soc. Rev.* 45(12). 3331–3352. <https://doi.org/10.1039/C5CS00520E>

Vogrin, T. Santini, H. Peng, L. Zhao, y J. Vaughan, (2023) Synthesis of zeolites using kaolin in concentrated sodium hydroxide-aluminate solutions, *Appl. Clay Sci.*, vol. 244, núm. 107106, p. 107106.

- Vogt, E. T. C. & Weckhuysen, B. M. (2015). Fluid catalytic cracking: recent developments on the grand old lady of zeolite catalysis. *Chem. Soc. Rev.* 44(20). 7342–7370. <https://doi.org/10.1039/C5CS00376H>
- Wang *et al.* (2025) Removal and separation of iron and carbon from kaolin: A review, *Powder Technol.*, vol. 458, núm. 120939, p. 120939.
- Waseda, E. Matsubara, y K. Shinoda, (2011) *X-ray diffraction crystallography: Introduction, examples and solved problems*, 2011a ed. Berlín, Alemania: Springer.
- Whitehorn, J. C. (1923). ‘Permutit’ as a reagent for amines. *J. Biol. Chem.* 56(3). 751–764. [https://doi.org/10.1016/S0021-9258\(18\)85557-0](https://doi.org/10.1016/S0021-9258(18)85557-0)
- Xu, D. R. Peacor, W. A. Dollase, R. Van der Voo, y R. T. Beaubouef, (1997). Transformation of titanomagnetite to titanomaghemite; a slow, two-step, oxidation-ordering process in MORB”, *Am. Mineral.*, vol. 82, núm. 11–12, pp. 1101–1110.
- Yanti & Pratiwi, (2018) Correlation between thermal behavior of clays and their chemical and mineralogical composition: a review, *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 118, p. 012078.
- Younas, F., Bibi, I., Zulfqar, A., Shahid, M., Bilal Shakoor, M. & Mahroz Hussain, M. (2023). Environmental Applications of Natural and Surface-Modified Zeolite. In: Vithanage, M., Lazzara, G., Rajapaksha, A.U. (eds) *Clay Composites. Advances in Material Research and Technology*. Springer, Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-99-2544-5_17
- Yu, J. (2007). Synthesis of zeolites. En J. Čejka, H. van Bekkum, A. Corma, & F. Schüth (Eds.), *Introduction to zeolite science and practice* (3rd ed., pp. 39–103). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(07\)80791-9](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(07)80791-9)
- Zhang, D. Tang, M. Zhang, y R. Yang, (2013) Synthesis of NaX zeolite: Influence of crystallization time, temperature and batch molar ratio SiO₂/Al₂O₃ on the particulate properties of zeolite crystals, *Powder Technol.*, vol. 235, pp. 322–328.

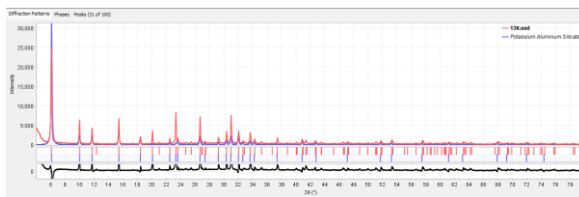
9 ANEXOS

9.1 ANEXO A

Exhibición de los archivos PDF con los que se evaluó la identificación de fase

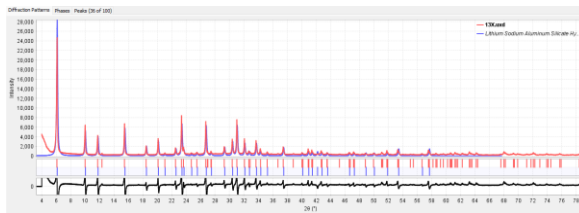
1)

ICM	Peakz Mat...	Chemical Formula	Compound Name	Mineral Name	Zeolite Classification	Author - PR	PDF #
4685	31 of 51 (60%)	$K_{10.8} Al_{19.8} Si_{122.2} O_{394}$	Potassium Aluminum Silicate		FAU (Faujasite)	Mortier et al.	00-036-0893



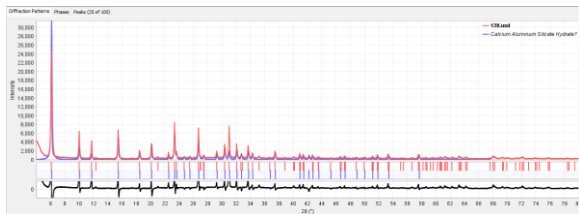
2)

4689	36 of 37 (97%)	$(Li, Na)_2 \cdot Al_2 Si_2 O_9 \cdot 7.2 H_2 O$	Lithium Sodium Aluminum Silicate Hydrate		FAU (Faujasite)	Milton, R., 2,882,244.	00-038-0236
------	----------------	--	--	--	-----------------	------------------------	-------------



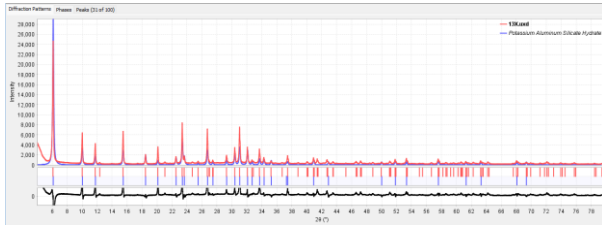
3)

4626	35 of 36 (97%)	$(Ca, Na)_2 \cdot Al_2 Si_2 O_9 \cdot 5.4 H_2 O$	Calcium Aluminum Silicate Hydrate	Faujasite-Ca, syn	FAU (Faujasite)	Milton, R., 2,882,244.	00-038-0232
------	----------------	--	-----------------------------------	-------------------	-----------------	------------------------	-------------



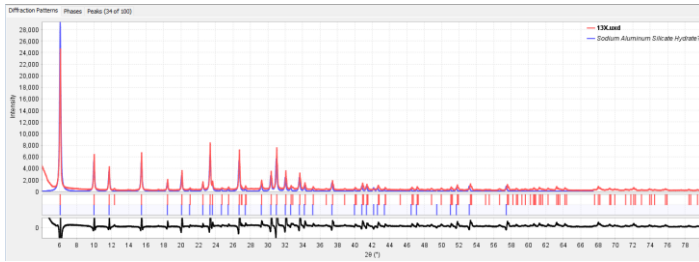
4)

0735 | 31 of 32 (97%) | $K_{69.8} Al_{69.8} Si_{122.2} O_{384} \cdot 247 H_2 O$ | Potassium Aluminum Silicate Hydrate | FAU (Faujasite) | Casteroble, | | | 00-026-0897



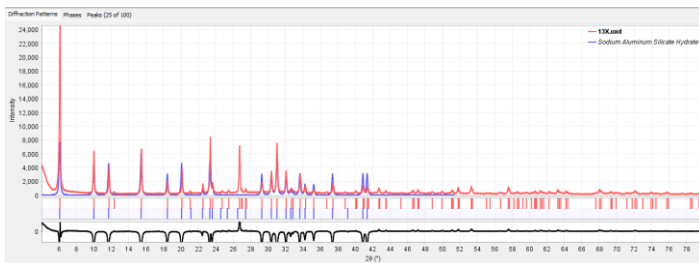
5)

0647 | 34 of 36 (94%) | $Na_2 Al_2 Si_4 O_9 \cdot 6.2 H_2 O$ | Sodium Aluminum Silicate Hydrate | FAU (Faujasite) | Milton, R., 2,882,244. | | | 00-038-0237



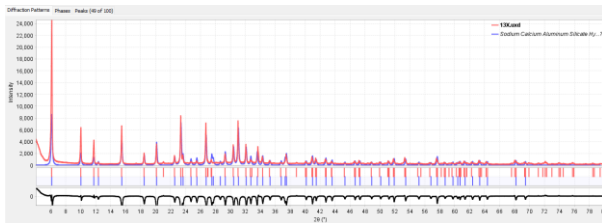
6)

0114 | 25 of 27 (92%) | $Na_2 Al_2 Si_4 O_9 \cdot 6.7 H_2 O$ | Sodium Aluminum Silicate Hydrate | Faujasite-Na, syn | FAU (Faujasite) | Barrer et al. | | | 00-012-0246



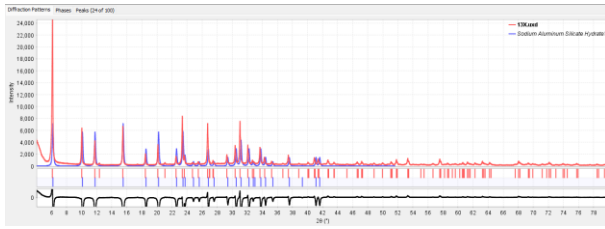
7)

0297 | 49 of 53 (92%) | $0.8 Ca O \cdot 0.2 Na_2 O \cdot Al_2 O_3 \cdot 3.0 Si O_2 \cdot 6 H_2 O$ | Sodium Calcium Aluminum Silicate Hydrate | FAU (Faujasite) | Sun, D.-M., Anhui Univ., Dept. of P... | | | 00-047-0003



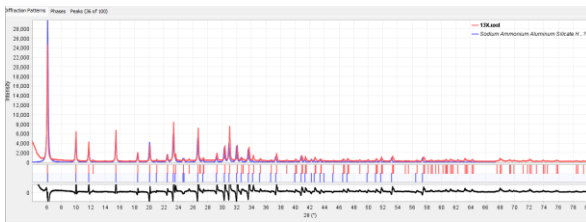
8)

2931	24 of 26 (92%)	$Na_2Al_2Si_3O_{10} \cdot 6H_2O$	Sodium Aluminum Silicate Hydrate	Faujasite-Na, syn	FAU (Faujasite)	Barrer et al.	00-012-0228
4897	36 of 40 (90%)	$(NH_4, Na)_2Al_2Si_5O_{20} \cdot xH_2O$	Sodium Ammonium Aluminum Silicate Hydrate		FAU (Faujasite)	Milton, R., 2,882,244.	00-039-0139



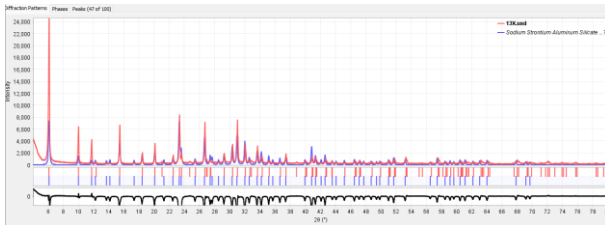
9)

4897	36 of 40 (90%)	$(NH_4, Na)_2Al_2Si_5O_{20} \cdot xH_2O$	Sodium Ammonium Aluminum Silicate Hydrate		FAU (Faujasite)	Milton, R., 2,882,244.	00-039-0139
------	----------------	--	---	--	-----------------	------------------------	-------------



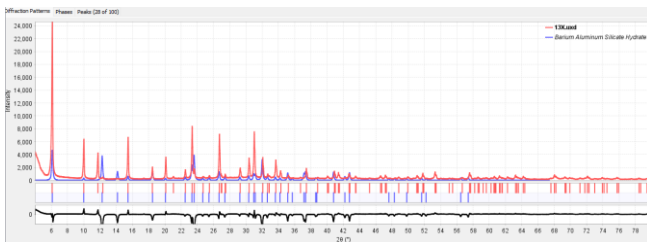
10)

5174	47 of 60 (78%)	$(0.93 SrO \cdot 0.07 Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2.5 SiO_2 \cdot 6 H_2O)$	Sodium Strontium Aluminum Silicate Hydrate		FAU (Faujasite)	Sun, D.-M., Anhui Univ., Dept. of P...	00-047-0002
------	----------------	--	--	--	-----------------	--	-------------



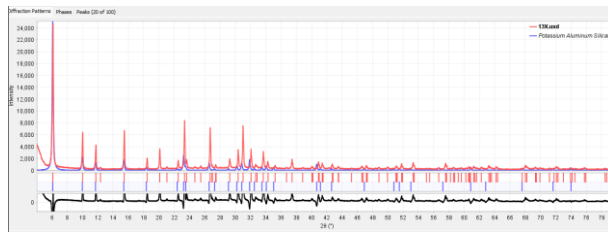
11)

4963	28 of 38 (74%)	$(Ba, Na) \cdot Al_2Si_2O_7 \cdot 6H_2O$	Barium Aluminum Silicate Hydrate		FAU (Faujasite)	Milton, R., 2,882,244.	00-038-0294
3566	6 of 9 (67%)	$Na_{1-x}Sr_xV_3O_{15} \cdot xH_2O$	Sodium Vanadium Silicate Hydrate		774 (Proposed Inclusion)	Reddy, K., Rameswamy, A., Batha...	00-049-0574



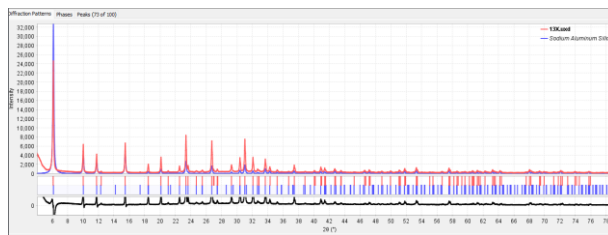
12)

4951	20 of 31 (65%)	$K_5.5 Al_{8.5} Si_{10.5} O_{24}$	Potassium Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Castenoble	00-026-0895
------	----------------	-----------------------------------	-----------------------------	-----------------	------------	-------------



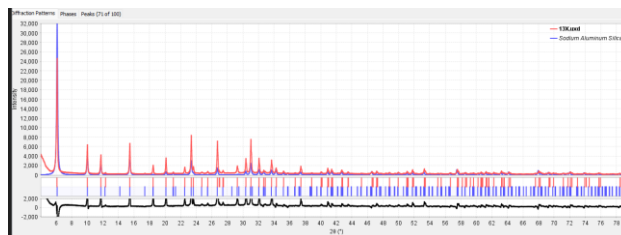
13)

6507	73 of 115 (63%)	$Na_{17.25} Al_{17.25} Si_{30.25} O_{96}$	Sodium Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Seo S.M., Kim G.H., Lee H.S., Ko S...	04-014-0612
------	-----------------	---	--------------------------	-----------------	---------------------------------------	-------------



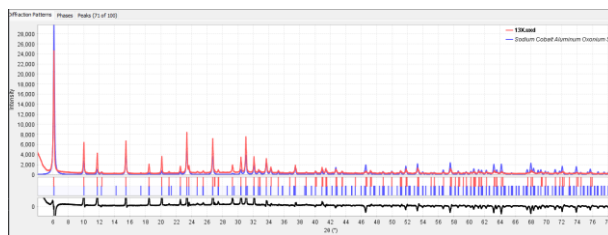
14)

6929	71 of 112 (63%)	$Na_{23} Na_{12} (Al_{17} Si_{17} O_{96})$	Sodium Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Iwada, Takay, Nakano, Takehito, No...	01-083-7119
------	-----------------	--	--------------------------	-----------------	---------------------------------------	-------------



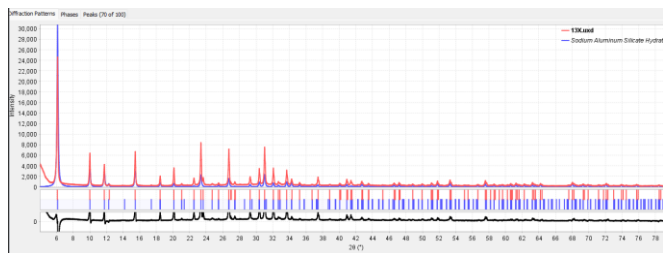
15)

6631	71 of 113 (63%)	$Na_{11} Co_{38} (H_3 O)_{18} (Al_{32} Si_{100} O_{384}) (OH)_{12} (H_2 O)_{61}$	Sodium Cobalt Aluminum Oxonium Silicate Hydroxide Hydrate	FAU (Faujasite)	Bae, D.H., Seff, K.	01-089-8604
------	-----------------	--	---	-----------------	---------------------	-------------



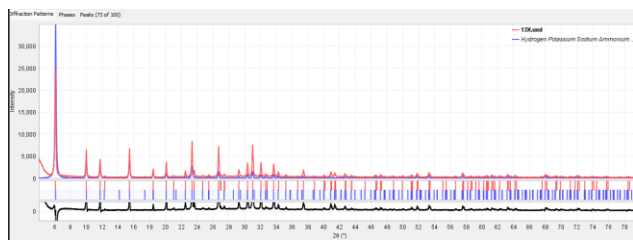
16)

6944	70 of 112 (62%)	$\text{Na}_{27,10} \text{Al}_{18} \text{Si}_{104} \text{O}_{284} (\text{H}_2\text{O})_{27,64}$	Sodium Aluminum Silicate Hydrate	FAU (Faujasite)	Kirschhock, C.E.A., Hunger, B., Mar...	✓...	01-070-4281
------	-----------------	--	----------------------------------	-----------------	--	------	-------------



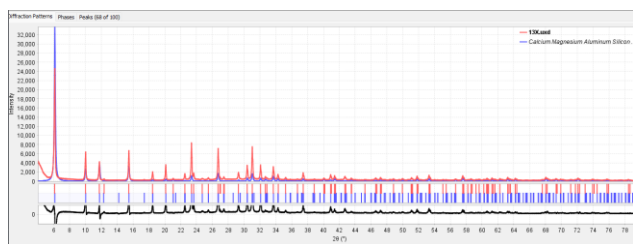
17)

6757	73 of 117 (62%)	$\text{H}_2, 25 \text{K}_0,6 \text{Na}_{1,25} (\text{NH}_4)_{14,75} \text{Al}_{17,75} \text{Si}_{20,25} \text{O}_{96} (\text{H}_2\text{O})_{...}$	Hydrogen Potassium Sodium Ammonium Aluminum Silicate ...	FAU (Faujasite)	Lim W.T., Seo S.H., Kim G.H., Lee ...	✓...	04-016-2511
------	-----------------	---	--	-----------------	---------------------------------------	------	-------------



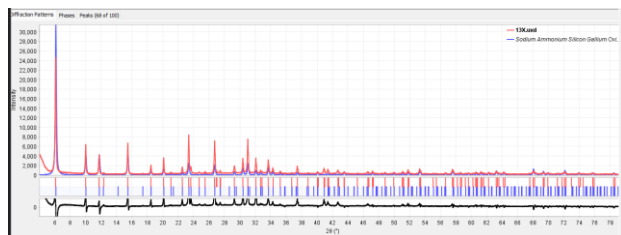
18)

6922	68 of 112 (61%)	$\text{Ca}_5,75 \text{Mg}_{5,75} \text{Al}_{13} \text{Si}_{25} \text{O}_{96}$	Calcium Magnesium Aluminum Silicon Oxide	FAU (Faujasite)	Anderson A.A., Shepelev Y.F., Smo...	✓...	04-009-5252
------	-----------------	---	--	-----------------	--------------------------------------	------	-------------



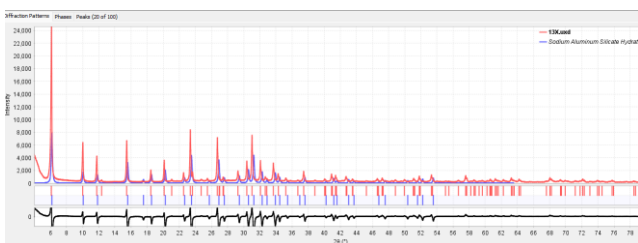
19)

6544	68 of 112 (61%)	$\text{Na}_{25,6} (\text{NH}_4)_{21,8} (\text{Si}_{133,6} \text{Ga}_{58,4} \text{O}_{284})$	Sodium Ammonium Silicon Gallium Oxide	FAU (Faujasite)	Lievens, J.L., Mortier, W.J., Verdij...	✓...	01-073-9703
------	-----------------	---	---------------------------------------	-----------------	---	------	-------------



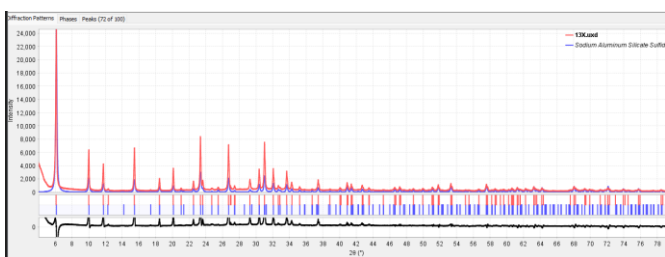
20)

1847	20 of 33 (61%)	$\text{Na}_3.06\text{Al}_2\text{Si}_3.8\text{O}_{11.63} \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	Sodium Aluminum Silicate Hydrate	Faujasite-Na, syn	FAU (Faujasite)	Breck, D., 3,130,007.	00-038-0240
6046	75 of 124 (60%)	$\text{Cd}_{1.4}\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{20}$	Cadmium Aluminum Silicate		FAU (Faujasite)	Choi F.Y., Lee S.H., Kim Y., Han Y....	04-020-0881



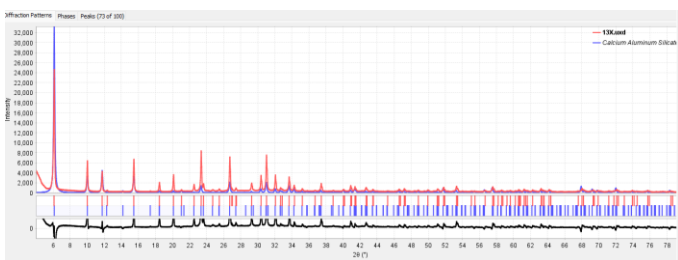
21)

5969	72 of 120 (60%)	$\text{Na}_{20.25}\text{Al}_{20.25}\text{Si}_{27.75}\text{O}_{96}$	Sodium Aluminum Silicate Sulfide		FAU (Faujasite)	Lapshin A.E., Vasileva E.A.	04-015-6149
------	-----------------	--	----------------------------------	--	-----------------	-----------------------------	-------------



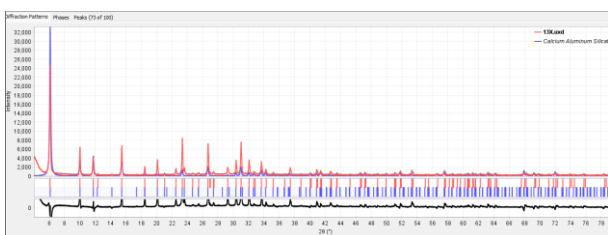
22)

6699	73 of 122 (60%)	$\text{Ca}_{43.3}\text{Al}_{16.8}\text{Si}_{115.2}\text{O}_{384}$	Calcium Aluminum Silicate		FAU (Faujasite)	Pluth, J.J., Smith, J.V.	01-071-0882
------	-----------------	---	---------------------------	--	-----------------	--------------------------	-------------



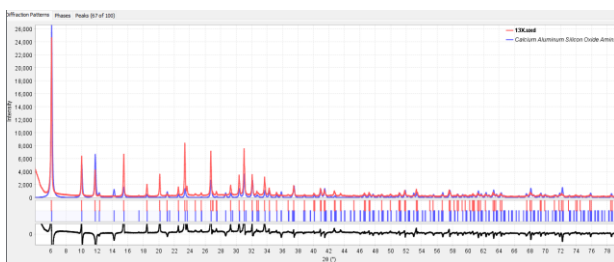
23)

6699	73 of 122 (60%)	$\text{Ca}_{43.3}\text{Al}_{16.8}\text{Si}_{115.2}\text{O}_{384}$	Calcium Aluminum Silicate		FAU (Faujasite)	Pluth, J.J., Smith, J.V.	04-011-6162
------	-----------------	---	---------------------------	--	-----------------	--------------------------	-------------



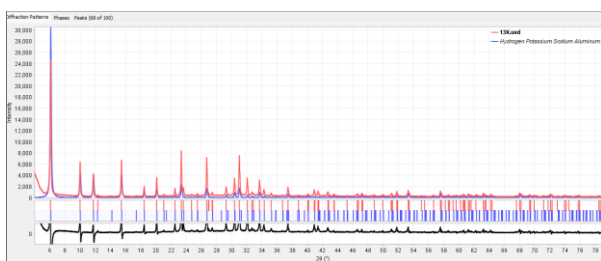
24)

4345	67 of 112 (60%)	$C_{115}Al_2Si_{25}(NH_3)_{34}$	Calcium Aluminum Silicon Oxide Amine	FAU (Faujasite)	Jang S.B., Jeong M.S., Kim Y., Son...	04-009-9851
------	-----------------	---------------------------------	--------------------------------------	-----------------	---------------------------------------	-------------



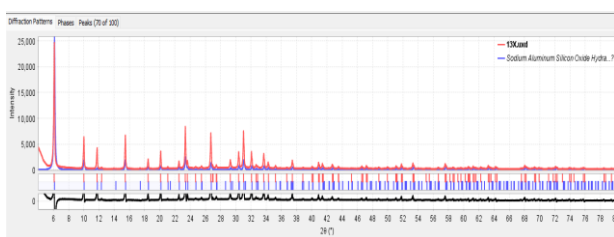
25)

4353	68 of 114 (60%)	$H_{15.25}K_{0.5}Na_{1.25}Al_{17.75}Si_{30.5}O_{96.125}$	Hydrogen Potassium Sodium Aluminum Silicon Oxide	FAU (Faujasite)	Lim W.T., Seo S.M., Kim G.H., Lee...	04-016-2514
------	-----------------	--	--	-----------------	--------------------------------------	-------------



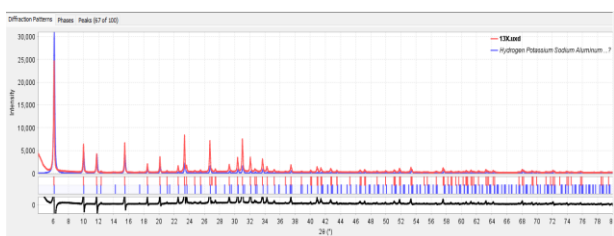
26)

4336	70 of 118 (59%)	$Na_5.0625Al_5.0625Si_5.9375O_{24}(H_2O)_{9.07}$	Sodium Aluminum Silicon Oxide Hydrate	FAU (Faujasite)	Smolin, Yu.I., Shepelev, Yu.F., Bub...	01-073-4011
------	-----------------	--	---------------------------------------	-----------------	--	-------------



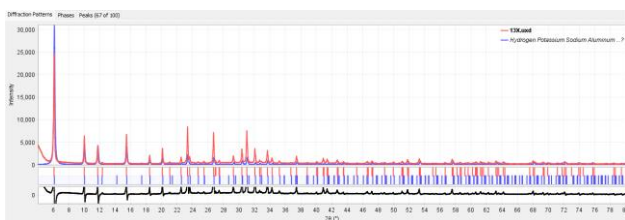
27)

4376	67 of 113 (59%)	$H_{53.7}Na_{5.1}K_{1.6}(Al_{12}O_{11.9})(Si_{124}Al_{68}O_{384})$	Hydrogen Potassium Sodium Aluminum Oxide Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Lim Woo Tak, Seo Sung Man, Kim G...	01-076-6641
------	-----------------	--	--	-----------------	-------------------------------------	-------------



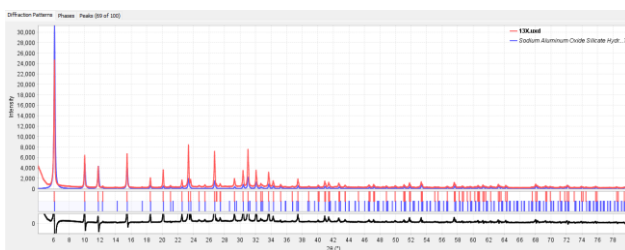
28)

4378	67 of 113 (59%)	$H_{13.25}K_{0.5}Na_{1.25}Al_{16}Si_{21}O_{96.5}$	Hydrogen Potassium Sodium Aluminum Silicon Oxide	FAU (Faujasite)	Lim W.T., Seo S.M., Kim G.H., Lee ...	04-016-2515
------	-----------------	---	--	-----------------	---------------------------------------	-------------



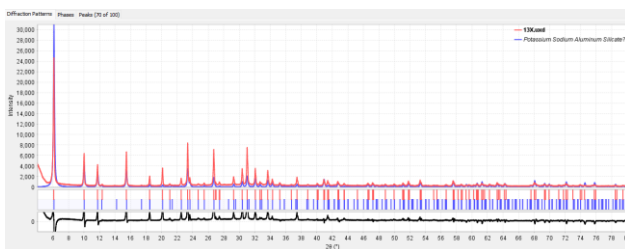
29)

5177	69 of 117 (59%)	$(Na_{1.2}O)(Al_2O_3)(SiO_2)_2H_2O$	Sodium Aluminum Oxide Silicate Hydroxide	FAU (Faujasite)	Broussard, L., Shoemaker, D.P.	01-076-0504
------	-----------------	-------------------------------------	--	-----------------	--------------------------------	-------------



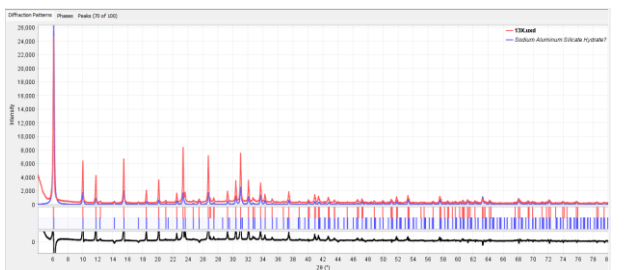
30)

4589	70 of 120 (58%)	$K_{13.25}Na_{4.5}Al_{17.75}Si_{30.25}O_{96}$	Potassium Sodium Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Seo S.M., Lee O.S., Kim H.S., Bae ...	04-015-3305
------	-----------------	---	------------------------------------	-----------------	---------------------------------------	-------------



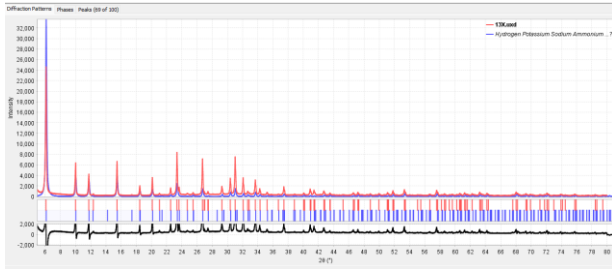
31)

5404	70 of 120 (58%)	$Na_{26}(Al_{26}Si_{106}O_{394})(H_2O)_{255}$	Sodium Aluminum Silicate Hydrate	FAU (Faujasite)	Beagley, B., Dwyer, J., Evmerides, ...	01-075-7824
------	-----------------	---	----------------------------------	-----------------	--	-------------



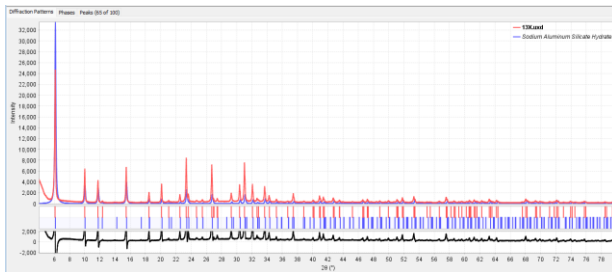
32)

6935	69 of 119 (59%)	$K_2H_2Si_2O_7 \cdot nH_2O$	Hydrogen Potassium Sodium Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Lim W.T., Seo S.M., Kim G.H., Lee ...	04-016-2512
------	-----------------	-----------------------------	---	-----------------	---------------------------------------	-------------



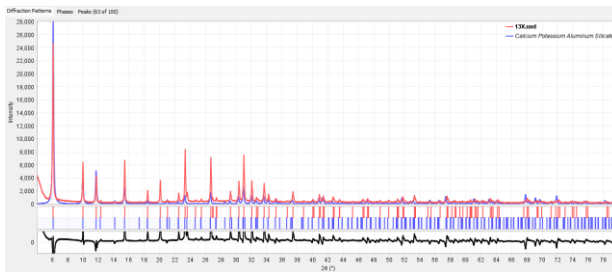
33)

3839	65 of 115 (57%)	$Na_57Al_57Si_{135}O_{324} \cdot 4H_2O$	Sodium Aluminum Silicate Hydrate	FAU (Faujasite)	Mortier, W.J., van den Bossche, E., ...	01-073-040
------	-----------------	---	----------------------------------	-----------------	---	------------



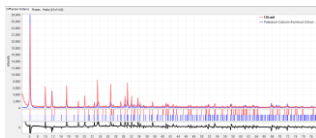
34)

6216	63 of 112 (56%)	$Ca_{12}K_8(Al_{17}Si_{10})O_{324}$	Calcium Potassium Aluminum Silicate	FAU (Faujasite)	Jang, S.B., Song, S.H., Kim, Y., ...	01-083-0916
------	-----------------	-------------------------------------	-------------------------------------	-----------------	--------------------------------------	-------------



35)

6216	63 of 112 (56%)	$K_7Ca_8Al_{13}Si_{28}O_{324}$	Potassium Calcium Aluminum Silicon Oxide	FAU (Faujasite)	Jang S.B., Song S.H., Kim Y., ...	04-009-7473
------	-----------------	--------------------------------	--	-----------------	-----------------------------------	-------------



9.2 ANEXO B

Código en Python para la extracción sistemática de las posiciones angulares 2θ exactas de los picos

```
import numpy as np
from scipy.signal import find_peaks
import matplotlib.pyplot as plt

# Cargar los datos (están en un archivo CSV)
data = np.loadtxt('datos.csv', delimiter=',', skiprows=1) # Skiprows=1 si tiene encabezado
x = data[:, 0] # Columna X (2theta)
y = data[:, 1] # Columna Y (intensidad)

# Encontrar los máximos locales
peaks, _ = find_peaks(y, height=0, distance=10, prominence=1, width=1)

# Obtener los valores de X correspondientes a los máximos
x_peaks = x[peaks]
y_peaks = y[peaks]

# Imprimir los resultados (solo valores numéricos, sin símbolo de grados)
print("Posiciones 2θ de los máximos encontrados:")
for x_val, y_val in zip(x_peaks, y_peaks):
    print(f'{{x_val:.4f}}, {{y_val:.2f}}') # Eliminé "2θ:" y ""

# (Opcional) Graficar los resultados (el gráfico sigue mostrando grados en el eje X)
plt.plot(x, y, label='Datos originales')
plt.plot(x_peaks, y_peaks, 'ro', label='Máximos detectados')
plt.xlabel('2θ (grados)') # El eje X del gráfico sigue en grados
plt.ylabel('Intensidad')
plt.title('Detección de máximos en datos de difracción')
plt.legend()
plt.grid()
plt.show()

Código en Python para R^2 y aproximación a 2 theta de DX con 037 y 032
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
from sklearn.metrics import r2_score

# Cargar datos desde los archivos CSV
def load_data(filepath):
    data = np.loadtxt(filepath, delimiter=',', skiprows=1) # Asume encabezados
    return data[:, 0], data[:, 1] # X (2θ), Y (Aproximidad a 2θ)

# Cargar las tres gráficas
theta_dd8, y_dd8 = load_data('DD8.csv') # Referencia
theta_032, y_032 = load_data('032.csv')
theta_037, y_037 = load_data('037.csv')

# Asegurar que todos tengan el mismo rango de 2θ (interpolación si es necesario)
# Asumimos que los theta son iguales en los tres archivos (mismos puntos de medición)
assert np.array_equal(theta_dd8, theta_032) and np.array_equal(theta_dd8, theta_037), \
    "Los ángulos 2θ en los archivos no coinciden. Verifica los datos."

# Calcular R^2 para cada gráfica vs DD8 (acumulativo)
r2_032 = [r2_score(y_dd8[:i+1], y_032[:i+1]) for i in range(len(y_dd8))]
r2_037 = [r2_score(y_dd8[:i+1], y_037[:i+1]) for i in range(len(y_dd8))]

# Promedio de R^2
mean_r2_032 = np.mean(r2_032)
mean_r2_037 = np.mean(r2_037)

# Determinar cuál gráfica está más cercana a DD8
mejor_grafica = "032" if mean_r2_032 > mean_r2_037 else "037"

# Resultados
print("-----")
```

```

print(f"R2 promedio (DD8 vs 032): {mean_r2_032:.4f}")
print(f"R2 promedio (DD8 vs 037): {mean_r2_037:.4f}")
print(f"Gráfica más cercana a DD8: {mejor_grafica}")
print("-----")

# Gráfico 1: R2 acumulativo vs 2θ
plt.figure(figsize=(12, 6))
plt.plot(theta_dd8, r2_032, 'b-', label='R2 (DD8 vs 032)')
plt.plot(theta_dd8, r2_037, 'r-', label='R2 (DD8 vs 037)')
plt.axhline(mean_r2_032, color='blue', linestyle='--', alpha=0.5, label=f'Media 032: {mean_r2_032:.2f}')
plt.axhline(mean_r2_037, color='red', linestyle='--', alpha=0.5, label=f'Media 037: {mean_r2_037:.2f}')
plt.xlabel('2θ (grados)')
plt.ylabel('Coeficiente R2')
plt.title('Ajuste acumulativo: DD8 vs 032 y 037')
plt.legend()
plt.grid(True)
plt.show()

# Gráfico 2: Diferencias (error) entre DD8 y las demás
plt.figure(figsize=(12, 6))
plt.plot(theta_dd8, y_dd8 - y_032, 'b-', label='Error (DD8 - 032)')
plt.plot(theta_dd8, y_dd8 - y_037, 'r-', label='Error (DD8 - 037)')
plt.axhline(0, color='black', linestyle='-', alpha=0.3)
plt.xlabel('2θ (grados)')
plt.ylabel('Diferencia en Aproximidad a 2θ')
plt.title('Error absoluto entre DD8 y las gráficas 032/037')
plt.legend()
plt.grid(True)
plt.show()

```

9.3 ANEXO C

Código en Python para diferencia absoluta, diferencias de promedio y error relativo

```

import numpy as np
import pandas as pd
import matplotlib.pyplot as plt
from matplotlib.ticker import PercentFormatter

# =====
# CARGAR Y PROCESAR DATOS
# =====
data = pd.read_csv('puntos.csv', header=0)
nombres_columnas = data.columns.values
datos_numericos = data.values.astype(float)

theta_exacto = datos_numericos[:, 0]
muestras = datos_numericos[:, 1:]
diferencias = np.abs(theta_exacto[:, np.newaxis] - muestras)

# =====
# CÁLCULOS ESTADÍSTICOS (PARA IDENTIFICAR LA MEJOR MUESTRA)
# =====
# 1. Diferencias promedio por muestra
diff_promedio = np.mean(diferencias, axis=0)

# 2. Porcentaje de error relativo promedio (respecto al valor exacto)
error_relativo_pct = 100 * np.mean(diferencias / theta_exacto[:, np.newaxis], axis=0)

# 3. Máxima diferencia por muestra
diff_maxima = np.max(diferencias, axis=0)

# Crear DataFrame resumen
resumen = pd.DataFrame({
    'Muestra': nombres_columnas[1:],

```

```

'Diff Promedio': diff_promedio,
'Diff Máxima': diff_maxima,
'Error Relativo (%)': error_relativo_pct
}).sort_values(by='Diff Promedio') # Ordenar de menor a mayor diferencia

# =====
# GRÁFICO 1: DIFERENCIAS ABSOLUTAS (ORIGINAL)
# =====
plt.figure(figsize=(14, 7))
for i in range(muestras.shape[1]):
    plt.plot(theta_exacto, diferencias[:, i], 'o-', label=nombres_columnas[i+1], alpha=0.7, markersize=5)
plt.title("Diferencias absolutas vs posiciones 2θ de DD8", fontsize=14, pad=20)
plt.xlabel("Posiciones 2θ de DD8 (grados)", fontsize=12)
plt.ylabel("Diferencia absoluta", fontsize=12)
plt.xticks(theta_exacto[:,2], rotation=45)
plt.grid(True, linestyle='--', alpha=0.6)
plt.legend(bbox_to_anchor=(1.05, 1), loc='upper left')
plt.tight_layout()
plt.show()

# =====
# GRÁFICO 2: BARRAS DE ERROR PROMEDIO (PARA COMPARACIÓN GLOBAL)
# =====
plt.figure(figsize=(10, 6))
bars = plt.bar(resumen['Muestra'], resumen['Diff Promedio'],
               color='skyblue', edgecolor='black', alpha=0.7)

# Destacar la muestra con menor diferencia
bars[0].set_color('limegreen') # La primera es la mejor (por el ordenamiento)
plt.title("Comparación de Diferencias Promedio por Muestra", fontsize=14, pad=20)
plt.ylabel("Diferencia Absoluta Promedio", fontsize=12)
plt.xticks(rotation=45)
plt.grid(axis='y', linestyle='--', alpha=0.6)

# Añadir etiquetas con valores
for bar in bars:
    height = bar.get_height()
    plt.text(bar.get_x() + bar.get_width()/2., height,
             f'{height:.4f}', ha='center', va='bottom', fontsize=9)

plt.tight_layout()
plt.show()

# =====
# TABLA RESUMEN (MEJOR MUESTRA Y ESTADÍSTICAS)
# =====
print("\n" + "="*60)
print("ANÁLISIS DE PROXIMIDAD A DATOS REALES".center(60))
print("="*60)
print(resumen.to_string(index=False))
print("\n" + "="*60)
print(f"→ MEJOR MUESTRA: '{resumen.iloc[0]['Muestra']}' "
      f"(Diff Promedio = {resumen.iloc[0]['Diff Promedio']:.4f}, "
      f"Error Relativo = {resumen.iloc[0]['Error Relativo (%)']:.2f}%)")
print("="*60)

```

9.4 ANEXO C

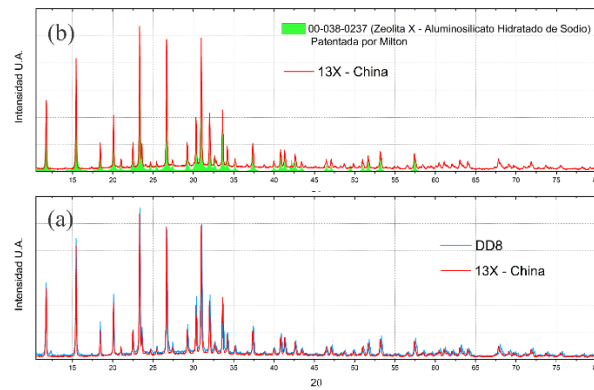


Figura 37. Comparación de difractogramas de rayos X: (a) Superposición de patrones de la zeolita X sintetizada (DD8) y la zeolita 13X comercial de China, mostrando el desplazamiento angular característico; (b) Ajuste del patrón de la zeolita comercial

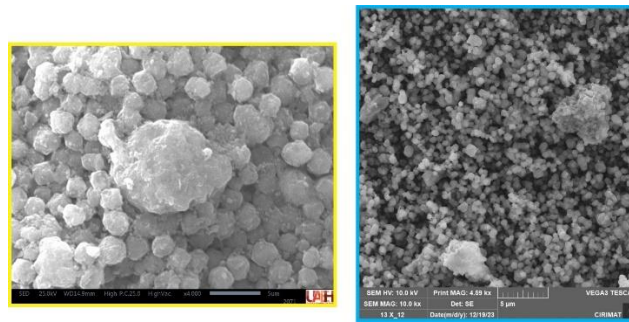


Figura 38. Comparación de las micrografías con una barra de escala de $10 \mu\text{m}$, de la zeolita 13X comercial de China (amarillo) y la zeolita X sintetizada (DD8). La diferencia de los tamaños entre ambas es significativa. Ambas se encuentran a escala.

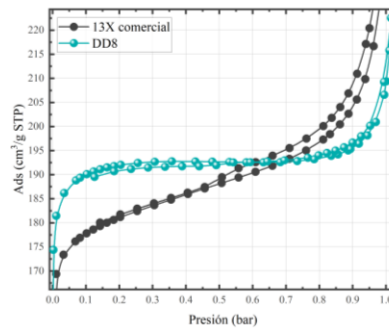


Figura 39. Isothermas de adsorción-desorción de N_2 a 77 K: (verde) Zeolita DD8 mostrando comportamiento Tipo I (microporos puros); (negro) Zeolita 13X-China con perfil híbrido I/II (microporos + mesoporos).

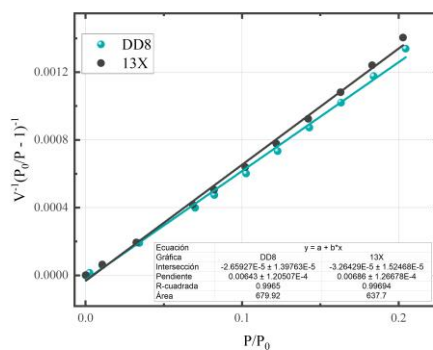


Figura 380. Análisis de las isothermas de adsorción de las muestras DD8 y 13X para obtención del área BET. La línea representa el ajuste lineal de los puntos de la gráfica $V^{-1}(P/P_0)^{-1}$ contra P/P_0 .

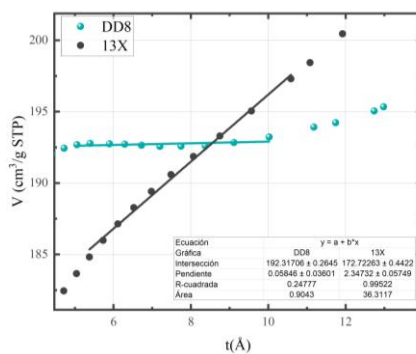


Figura 391. Análisis de las isothermas de adsorción de las muestras DD8 y 13X para obtención del área de mesoporos con el método-t. Las líneas representan el ajuste lineal del gráfico V contra t .

Tabla 6. Propiedades superficiales y de volumen de poros de las muestras DD8 y 13X.

Muestra	Área Superficial (m^2g^{-1})			Volumen ($\times 10^{-2} cm^3g^{-1}$)	
	A_{BET}	A_{meso}	A_{micro}	V_{micro}	V_{total}
DD8	679.92	0.90	679.02	29.75	34.44
13X-China	637.70	36.31	601.39	26.72	37.02

9.5 ANEXO D

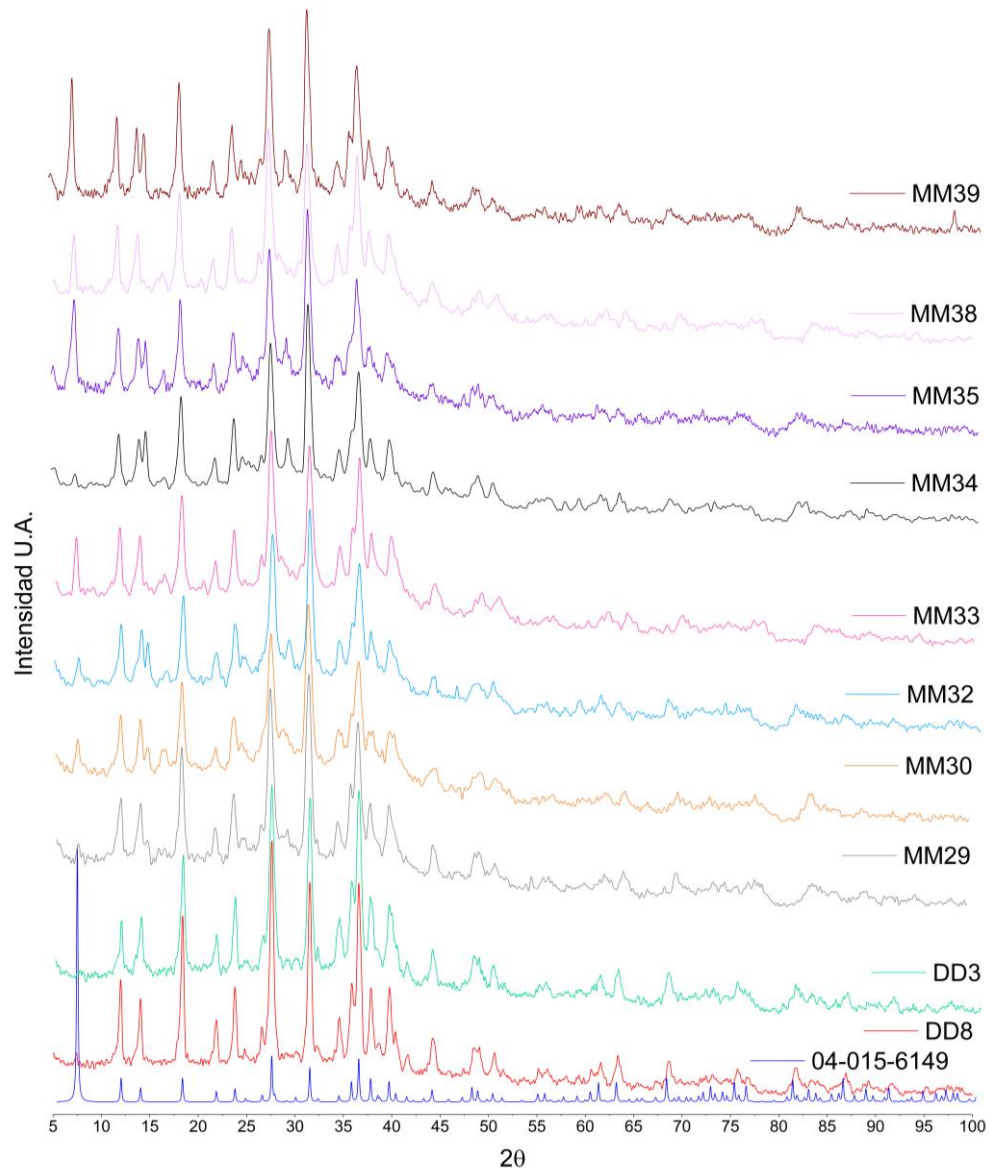


Figura 42. Difractogramas de las pruebas de reproducibilidad de la zeolita sintetizada en el LTC. Todas fueron realizadas con el caolín CMB excepto DD3 que fue realizada con el caolín CM3

9.6 ANEXO E

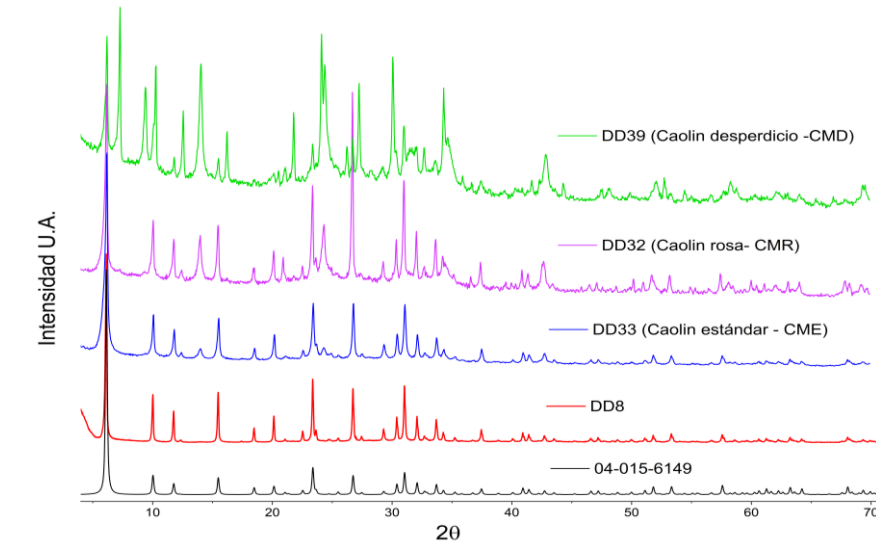


Figura 40. Difractogramas de rayos X de zeolita X sintetizada a partir de diferentes caolines naturales (CME, CMR, CMD), utilizando CMB como referencia. Se observan variaciones en cristalinidad, pureza de fase y presencia de contenido amorfo

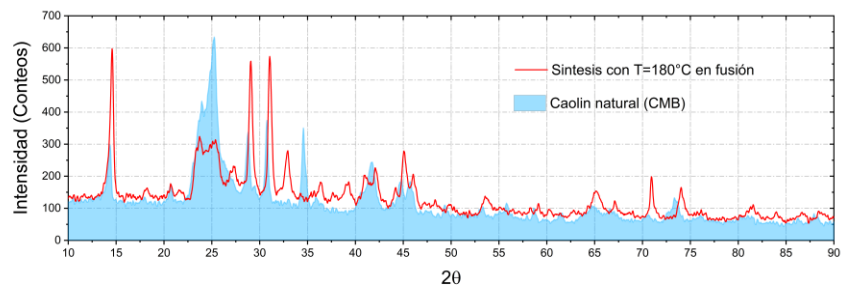


Figura 41. La fase predominante corresponde a caolín sin transformar, lo que evidencia que esta temperatura es insuficiente para las reacciones descritas en el apartado 5.6.1.

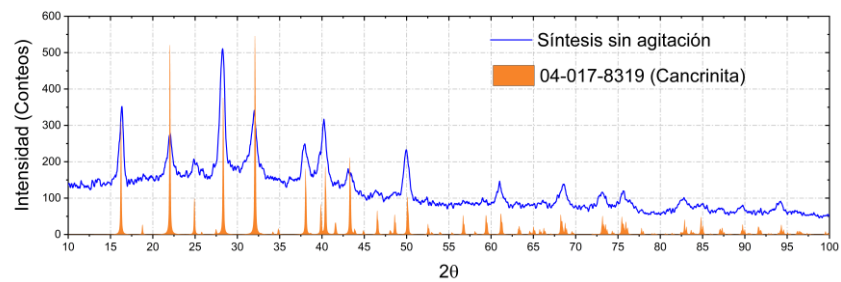


Figura 42. Se identifica la formación de cancrinita en lugar de zeolita X, demostrando que la agitación es esencial para homogeneizar el medio alcalino y activar los núcleos de zeolita X