



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO
INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍAS
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

Tesis

**Síntesis de silicoaluminatos amorfos como vehículo de las
propiedades bioactivas de jugo de granada.**

Para obtener el título de
Maestro en Ciencias de los Materiales

PRESENTA

Ing. D. I. Sarahí Guerrero Marín

Director

Dr. Felipe Legorreta García

Codirector

Dr. Gabriel Betanzos Cabrera

Titular

Dr. Alfonso Atilán Gil

Suplente

Dr. Julio Cesar Juárez Tapia

Mineral de la Reforma. Hgo., Abril 2026



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería

School of Engineering and Basic Sciences

Director

Mineral de la Reforma, Hgo., a 15 de abril de 2026

Número de control: ICBI-D/810/2026

Asunto: Autorización de impresión.

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

El Comité Tutorial de la tesis titulada "**Síntesis de silicoaluminatos amorfos como vehículo de las propiedades bioactivas de jugo de granada**" realizado por la sustentante **Sarahí Guerrero Marín** con número de cuenta **488373** perteneciente al programa de la **Maestría en Ciencias de los Materiales**, 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 la 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


Dr. Alfonso Atitlán Gil
Titular

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

El Comité Tutorial


Dr. Gabriel Betanzos Cabrera
Codirector


Dr. Gabriel Vergara Rodríguez
Dirección ICBI

OVU/ABO

"Amor, Orden y Progreso"



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo
Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo,
México. C.P 42184

Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40001

direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

uaeh.edu.mx

El presente trabajo se realizó en el Laboratorio de Tecnología de Cerámicos del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales del Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería perteneciente a la Universidad Autónoma del estado de Hidalgo, bajo la dirección del Dr. Felipe Legorreta García, Dr. Gabriel Betanzos Cabrera, Dr. Alfonso Atitlán Gil y Dr. Julio Cesar Juárez Tapia.

Se agradece la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e innovación (SECIHTI), por la beca otorgada para realizar esta tesis.

AGRADECIMIENTOS

*Al **Dr. Felipe Legorreta García** por la confianza depositada en mí al permitirme formar parte de su equipo de trabajo, así como por su acompañamiento a lo largo del desarrollo de este proyecto. Sus valiosas observaciones en la redacción y sus consejos durante los seminarios fueron fundamentales para la culminación de esta investigación.*

*A mi comité tutorial, **Dr. Gabriel Betanzos Cabrera**, por su orientación y apoyo en la etapa experimental relacionada con el jugo y el microencapsulado de granada. Asimismo, Al **Dr. Alfonso Atitlán Gil** y **Dr. Julio César Juárez Tapia** agradezco sus contribuciones en la elaboración del manuscrito y sus acertadas recomendaciones durante los seminarios.*

*A **Belinda Velázquez Morales**, por su valioso apoyo en el laboratorio, fundamental para el desarrollo de esta investigación. Especialmente su disposición para enseñarme desde cero el manejo de micropipetas, la obtención de muestras y el análisis de resultados, contribuyendo significativamente a mi formación.*

*A **Inés Barrera Ortega**, por su valioso apoyo en los trámites administrativos, así como por su disposición y compromiso en la entrega de oficios y el seguimiento puntual de cada etapa de mi proceso de maestría, desde mi ingreso como aspirante hasta la culminación del proceso de titulación. Su orientación y acompañamiento fueron fundamentales para llevar a buen término este camino experimental.*

Muchas gracias de todo corazón.

Sarahí Guerrero Marín

DEDICATORIA

*A **Dios**, por darme la fortaleza, la sabiduría y la perseverancia necesaria para culminar esta etapa de mi vida; por poner en mi camino a personas que suman y tienen absoluta disposición de compartir el conocimiento conmigo. Aun cuando hay situaciones que me hacen cuestionar el porqué de las cosas, sé que me han hecho llegar hasta aquí y que, aunque quisiera cambiar algunas, no es posible, porque gracias a ello tengo la experiencia, la madurez y la templanza que hoy me definen.*

*A mi **Vashvalli**, por tu amor incondicional, tus enseñanzas y el apoyo constante que han sido la base de cada uno de mis logros; por estar conmigo en cada etapa de este posgrado y en cada momento importante de mi vida. Aun cuando la vida se pone difícil, estás ahí para sostenerme. Gracias por dejarme formar parte de tu vida y crecer juntos, por demostrarme que el amor no tiene etiquetas y que se pueden lograr muchas cosas cuando te rodeas de personas que suman. Este logro no solo es mío, es de ambos. Gracias por no dejarme sola y motivarme a terminar esto que empecé, por apoyarme en cada proyecto que emprendo, aun cuando las estadísticas no sean tan favorables; por amarme como soy y por comprenderme. Sé que a veces no es fácil, pero gracias por estar.*

*A **Alo**, porque me has demostrado que no elegimos qué vivir, pero sí cómo vivirlo; a ser valiente y vivir con dignidad cada situación que se nos presenta, a sonreír y disfrutar cada momento. Gracias también por enseñarme desde cero a cuidarte, a verte crecer y sentirme orgullosa de lo que haces; por permitirme ser parte de tus logros y de tus días difíciles. Gracias a ti he perfeccionado mi técnica de peinado, he aprendido a ser más responsable y a planear las cosas; me motivas a hacer lo que antes dejaba al último momento, me has sacado de mi zona de confort y, sobre todo, porque ahora tengo con quién hacerle bullying a tu pa, con quién ir al spa, comprar zapatos, ropa, etc. Gracias por todo.*

*A mis apacitos, **Olivia Marín Cleofas y Filemón Guerrero Alba**, por su comprensión, motivación y por acompañarme en cada momento de este camino; por apoyarme aun cuando ya soy adulta. Los amo con todo mi corazón y le pido a Dios que nos permita llegar muy lejos, tener salud y compartir siempre momentos de felicidad.*

DEDICATORIA

*A mi hermano, **Jorge Guadalupe Guerrero Marín**, por ser mi inspiración y por estar ahí para escucharme. Aun cuando piensas que solo estas ahí existiendo y que no haces algo extraordinario, llenas de alegría mi corazón y me haces sentirme muy orgullosa. Te amo con todo mi corazón.*

A mis amigos, Este logro también les pertenece, porque detrás de cada meta alcanzada hay personas que, con su amor y apoyo desinteresado, hacen posible que los sueños se conviertan en realidad.

***Tann y Toño**, por aportar alegría y bajar la tensión de la vida de adulto; por demostrarme que el amor viene en diferentes presentaciones, que está bien no poder con todo y la importancia de tener una red de apoyo. **Nonín y Damis Travis**, por hacer que mi corazón se llene de emoción al verlos crecer, escucharlos y saber que están bien.*

***José Miguel y Katia**, quienes han sido un apoyo incondicional en las diferentes etapas de mi vida. Gracias por acompañarme con su confianza, comprensión y palabras de aliento en los momentos de incertidumbre, y por celebrar conmigo cada pequeño logro alcanzado. Su presencia, su paciencia y el cariño que siempre me han brindado han sido una fuente constante de fortaleza para seguir adelante.*

*Para mi familia materna y paterna, que alegran mi vida; especialmente a mis abus, mi Binita **Albina Cleofas Ángeles** y **Ana María Alba Mancilla**, que son lo más preciado que tengo y, gracias a Dios, están aquí.*

*A la memoria de mis abuelos, **Lupe Marín y Filemón Guerrero**; de mis tíos, **Vidal Marín, Antelmo y Magos Guerrero**; de mi primo **Chucho**; de **Martha Meneses**, quien vivió conmigo etapas importantes de este posgrado; y de mi padrino muy querido, **Aniceto Guapo** quien siempre estuvo pendiente de mis logros. A todos los recuerdo con mucho amor y sé que estarían muy orgullosos.*

Muchas gracias de todo corazón.

Sarahí Guerrero Marín

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	2
ÍNDICE DE FIGURAS.....	3
ÍNDICE DE TABLAS	4
ABREVIATURAS.....	5
ÍNDICE GENERAL.....	6
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPITULO I. ZEOLITA	11
1.1 Estructura	13
1.2.1 Sustitución de átomos en la red y desequilibrio eléctrico	14
1.2.1 Orientación o dirección en la red cristalina.....	15
2.2.1 Compensación de la carga	16
Conexiones entre tetraedros y formación de estructuras	17
Poros, canales, cavidades	17
Porosidad.....	19
¿Cómo se mide la porosidad en zeolitas?	21
¿Qué indica la porosidad?.....	22
Materiales mesoporosos como sistemas de liberación de compuestos bioactivos	22
1.2 Clasificación de las Zeolitas	22
1.3 Zeolita sintética	24
Características principales de las zeolitas y su naturaleza	25
Método síntesis hidrotermal.....	25
Síntesis de zeolitas	27
Procedimiento de post-síntesis	29
1.4 Técnica de sembrado.....	30
1.5 Formación de fases amorfas en la síntesis de zeolitas	31

1.6	Aplicaciones de la zeolita clinoptilolita	35
1.7	Ventajas frente a materiales cristalinos	36
CAPITULO II. GRANADA		38
	Introducción de la granada en México	39
	El árbol	39
	El fruto	40
2.1	Composición nutrimental y fitoquímica	40
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA		43
JUSTIFICACIÓN		44
HIPÓTESIS.....		45
	HIPÓTESIS ALTERNA H1 :	45
	HIPÓTESIS NULA H0 :	45
OBJETIVOS.....		46
	OBJETIVO GENERAL	46
	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	46
MATERIALES Y MÉTODOS		48
1.1	ARENA NATURAL	48
2.1	MICROENCAPSULACIÓN DE JUGO DE GRANADA ROJA	48
3.1	GRANADA	48
4.1	DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX).....	49
5.1	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)	49
6.1	ANALIZADOR LASER DE PARTÍCULAS LS 13 320.....	49
7.1	ADSORCIÓN DE N ₂ A 77 K (POR EL MÉTODO BRUNAUER EMMET TELLER-BET).....	50
8.1	ABTS ⁺ (2,2'-AZINO-BIS(3-ETILBENZOTIAZOLINA-6-SULFÓNICO)).....	50
9.1	DPPH (2,2-DIFENIL-1-PICRILHIDRAZIL)	51
10.1	FENOLES TOTALES (MÉTODO DE FOLIN-CIUCALTEU)	52
11.1	FLAVONOIDES TOTALES (MÉTODO DE CLORURO DE ALUMINIO).....	54
12.1	ANTOCIANINAS TOTALES (MÉTODO DEL PH DIFERENCIAL)	55
13.1	TANINOS TOTALES (MÉTODO DE VANILINA).....	56
14.1	DISEÑO EXPERIMENTAL DE SÍNTESIS DE ZEOLITA	57

RESULTADOS	59
CAPITULO I. ZEOLITA	59
<i>Estudio de Microscopía electrónica de barrido de la arena silicoaluminosa natural</i>	<i>59</i>
<i>Análisis por Difracción de Rayos X (DRX) de la arena silicoaluminosa natural</i>	<i>60</i>
<i>Análisis Químico por Fluorescencia de Rayos X FRX, de la arena silicoaluminosa natural.</i>	<i>61</i>
<i>Análisis de tamaño de partícula de la arena silicoaluminosa natural</i>	<i>61</i>
<i>Caracterización por Difracción de Rayos X (DRX) del polvo obtenido sintetizado.....</i>	<i>64</i>
<i>Estudio de microscopía electrónica de Barrido-Espectroscopia de energía dispersiva (MEB-EDS.) del polvo obtenido</i>	<i>65</i>
<i>Análisis de tamaño de partícula del polvo obtenido.</i>	<i>69</i>
<i>Análisis de adsorción de N₂ a 77 K (por el método Brunauer Emmet Teller-BET) del polvo obtenido.</i>	<i>70</i>
CAPITULO II. GRANDA	72
15.1 DISEÑO EXPERIMENTAL PROPIEDADES ANTIOXIDANTES	72
<i>Capacidad Antioxidante</i>	<i>72</i>
<i>Contenido total de fenoles, flavonoides, taninos y antocianinas</i>	<i>73</i>
CAPITULO III. COMPOSITO	74
<i>Capacidad antioxidante</i>	<i>75</i>
<i>Estudio de microscopía electrónica de Barrido-Espectroscopia de energía dispersiva (MEB-EDS.) del composito obtenido</i>	<i>75</i>
DISCUSIÓN.....	79
CONCLUSIONES.....	83
REFERENCIAS	84
PRODUCTOS	87

Resumen

La presente tesis reporta la síntesis y caracterización de zeolita clinoptilolita, utilizando como precursores residuos de aluminio post-consumo como precursor de $(\text{Al-Si}(\text{OH})_n)$, arena silicoaluminosa natural como precursor de (Si^{4+}) , (KOH) e (NaOH) , empleando zeolita natural como semilla y sintetizando mediante el método hidrotermal. Sin embargo, se identificaron algunas limitaciones, entre ellas la disolución incompleta de la arena silicoaluminosa empleada como fuente de sílice. Además, durante la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), se observaron partículas amorfas que no corresponden a la estructura típica de la zeolita clinoptilolita. Estas partículas se atribuyen a fragmentos de la arena que, debido a su tamaño y morfología, no reaccionaron completamente durante el proceso de síntesis.

En cuanto a la aplicación de la zeolita sintetizada como vehículo para compuestos bioactivos provenientes del jugo y del microencapsulado de jugo de granada (*Punica granatum* L.), se evidenció la capacidad de la zeolita para retener propiedades antioxidantes, especialmente al combinarse con variedades de granada de alto contenido bioactivo, como la variedad chilcuautila. No obstante, la disminución observada en la actividad antioxidante en el compuesto respecto al microencapsulado de jugo de granada reveló la necesidad de optimizar procesos para preservar los compuestos bioactivos.

En general, este trabajo establece una base para el desarrollo de materiales funcionales basados en zeolitas sintéticas y compuestos bioactivos naturales, con potencial de aplicación en diversas industrias. Futuras investigaciones podrían enfocarse en optimizar las condiciones de síntesis, mejorar la eficiencia del proceso, explorar aplicaciones específicas y biológicas de estos materiales, como la adsorción, la liberación controlada de compuestos bioactivos y el enriquecimiento de productos con propiedades antioxidantes.

Abstract

This thesis reports the synthesis and characterization of clinoptilolite zeolite, using post-consumer aluminum residues as a precursor of Al-Si(OH)_n , natural silicoaluminous sand as a source of Si^{4+} , KOH and NaOH as alkaline agents, and natural zeolite as seed material. The synthesis was carried out using the hydrothermal method. However, certain limitations were identified, including the incomplete dissolution of the silicoaluminous sand used as the silica source. Additionally, during characterization by scanning electron microscopy (SEM), amorphous particles were observed that do not correspond to the typical structure of clinoptilolite zeolite. These particles are attributed to sand fragments that, due to their size and morphology, did not fully react during the synthesis process.

Regarding the application of the synthesized zeolite as a vehicle for bioactive compounds derived from pomegranate juice and microencapsulated pomegranate juice (*Punica granatum* L.), the results demonstrated the ability of the zeolite to retain antioxidant properties, particularly when combined with pomegranate varieties with high bioactive content, such as the Chilcuautila variety. However, the decrease observed in the antioxidant activity of the composite, compared to the microencapsulated pomegranate juice, revealed the need to optimize the process to better preserve these bioactive compounds.

Overall, this work establishes a foundation for the development of functional materials based on synthetic zeolites and natural bioactive compounds, with potential applications across various industries. Future studies could focus on optimizing synthesis conditions, improving process efficiency, and exploring specific and biological applications of these materials, such as adsorption, controlled release of bioactive compounds, and enrichment of products with antioxidant properties.

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 2. B2) 10- ANILLO VISTO A LO LARGO [001] CORRESPONDE AL EJE C DE LA CELDA UNITARIA, UNIDADES Å, (DATABASE, 2007) ..	15
FIGURA 3. B1) 8- ANILLO VISTO A LO LARGO [001] CORRESPONDE AL EJE C DE LA CELDA UNITARIA, UNIDADES Å (DATABASE, 2007).....	16
FIGURA 4. A) 8- ANILLO VISTO A LO LARGO [100] CORRESPONDE AL EJE A DE LA CELDA UNITARIA, UNIDADES Å (DATABASE, 2007).....	16
FIGURA 1. REPRESENTACIÓN DE LA DISPOSICIÓN ESPACIAL DE LOS CATIONES Y ANIONES.....	17
FIGURA 5. ESTRUCTURA DE LA CLINOPTILOLITA MOSTRANDO LOS SITIOS CATIÓNICOS M(1) A M(4) EN LOS CANALES FORMADOS POR ANILLOS DE 10 Y 8 MIEMBROS. LOS CATIONES Na^+ Y Ca^{2+} SE LOCALIZAN EN M(1) Y M(2), K^+ EN M(3) Y Mg^{2+} EN M(4). LAS MOLÉCULAS DE AGUA ESTÁN REPRESENTADAS COMO CÍRCULOS PUNTEADOS. (WANG ET AL., 2016).	20
FIGURA 6. FOTOGRAFÍA DEL ÁRBOL DE GRANADO (PUNICA GRANATUM L.) . FUENTE (SALGADO, 2024).....	39
FIGURA 7. ESQUEMA DEL PROCESO DE SÍNTESIS DE ZEOLITA CLINOPTILOLITA HEULANDITA.....	58
FIGURA 8. MICROGRAFÍA DE LA ARENA SILICOALUMINOSA NATURAL.	59
FIGURA 9. DIFRACTOGRAMA DE LA ARENA SILICOALUMINOSA NATURAL, IDENTIFICANDO FASES CRISTALINAS DE CUARZO Y CRISTOBALITA.	60
FIGURA 10. GRÁFICA DE LA DISTRIBUCIÓN DE LA ARENA. SE OBSERVAN 3 ZONAS. A) ZONA 1, $0.04 \geq 2.011$, B) ZONA 2, $2.011 \geq 10.78$, B) ZONA 3, $10.78 \geq 92.09$ MM.....	62
FIGURA 11. GRÁFICA DE LA DISTRIBUCIÓN DE LA ARENA FINA SEPARADA CON CICLÓN DE ENTRADA TANGENCIAL. SE OBSERVAN 1 ZONA $0.04 \geq 10$ MM, CORRESPONDIENTE AL 33.3% DE LA MUESTRA TOTAL.....	63
FIGURA 12. GRÁFICA DE LA DISTRIBUCIÓN DE LA ARENA GRUESA SEPARADA CON CICLÓN DE ENTRADA TANGENCIAL. SE OBSERVAN 2 ZONAS. A) ZONA 1, $0.04 \geq 3.8$, B) ZONA B, $4.24, \geq 92.09$ MM, CORRESPONDIENTE AL 66.7% DE LA MUESTRA TOTAL.	64
FIGURA 13. DIFRACTOGRAMA DE LAS FASES CRISTALINAS PRESENTES EN EL POLVO OBTENIDO DE CLINOPTILOLITA-HEULANDITA.....	65
FIGURA 14. LAS PARTÍCULAS SE CLASIFICARON EN DOS GRUPOS PRINCIPALES: EL PRIMER GRUPO EXHIBE UNA MORFOLOGÍA CARACTERÍSTICA DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA-HEULANDITA (FIGURA 12), MIENTRAS QUE EN EL SEGUNDO GRUPO SE IDENTIFICAN PARTÍCULAS CON UNA ESTRUCTURA AMORFA (FIGURA 13).	66
FIGURA 15. GRUPO CON UNA MORFOLOGÍA CARACTERÍSTICA DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA-HEULANDITA.....	67
FIGURA 16. GRUPO CON PARTÍCULAS AMORFAS PRESENTES EN EL MATERIAL EN POLVO OBTENIDO DE CLINOPTILOLITA-HEULANDITA.	67
FIGURA 17. ANÁLISIS EDS PUNTUAL REALIZADO EN LOS CRISTALES Y EN LA MUESTRA GENERAL DEL GRUPO 1, QUE PRESENTA UNA MORFOLOGÍA CARACTERÍSTICA DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA-HEULANDITA.....	68
FIGURA 18. GRÁFICA DE LA DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS DEL POLVO OBTENIDO DESPUÉS DEL TRATAMIENTO HIDROTERMAL, DIFERENCIADA EN TRES ZONAS: A) ZONA 1, $0.04 \geq 2.011$, B) ZONA 2, $2.011 \geq 12.99$, B) ZONA 3, $12.99 \geq 36.24$ MM, ESTA REPRESENTACIÓN PERMITE VISUALIZAR LAS PROPORCIONES RELATIVAS DE PARTÍCULAS EN CADA RANGO DE TAMAÑO, DESTACANDO LA HETEROGENEIDAD DEL MATERIAL SINTETIZADO.	69
FIGURA 19. ISOTERMA DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN DE LOS POLVOS OBTENIDOS DE ZEOLITA CLINOPTILOLITA.....	71
FIGURA 20. COMPOSITO DE ZEOLITA CLINOPTILOLITA SINTÉTICA CON JUGO DE GRANADA DE LA VARIEDAD CHILCUAUTLA.....	74
FIGURA 21. COMPOSITO ZEOLITA CLINOPTILOLITA SINTÉTICA CON JUGO DE GRANADA.	76
FIGURA 22. COMPOSITO ZEOLITA CLINOPTILOLITA SINTÉTICA CON MICROENCAPSULADO DE JUGO DE GRANADA.....	77

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. RELACIÓN DE ESPECIES ZEOLÍTICAS PROCEDENTES DE DIFERENTES ESTADOS DE MÉXICO, DETERMINADAS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X. (NOVO FERNÁNDEZ & COSTAFREDA MUSTELIER, 2018).....	12
TABLA 2. TIPOS DE CANALES Y DIMENSIONES DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA (DATABASE, 2007; OLGUÍN, 2009).....	19
TABLA 3. COMPARACIÓN ENTRE ZEOLITAS NATURALES Y ZEOLITAS SINTÉTICAS EN TÉRMINOS DE ORIGEN, PROPIEDADES Y APLICACIONES. (CORTÉS, 2009).....	24
TABLA 4. NUTRIMENTOS Y COMPUESTOS BENÉFICOS QUE SE ENCUENTRAN EN CADA PARTE DE LA GRANADA.....	38
TABLA 5. CONTENIDO NUTRIMENTAL DE LA GRANADA.....	41
TABLA 10. PREPARACIÓN DE LA CURVA DE ABTS ⁺ A PARTIR DE UNA DISOLUCIÓN CONCENTRADA.....	51
TABLA 11. PREPARACIÓN DE LA CURVA DPPH A PARTIR DE UNA DISOLUCIÓN CONCENTRADA.....	52
TABLA 12. PREPARACIÓN DE LA CURVA FENOLES TOTALES A PARTIR DE UNA DISOLUCIÓN CONCENTRADA.....	53
TABLA 13. PREPARACIÓN DE LA CURVA FLAVONOIDES TOTALES A PARTIR DE UNA DISOLUCIÓN CONCENTRADA.....	54
TABLA 14. PREPARACIÓN DE LA CURVA DE TANINOS TOTALES A PARTIR DE UNA DISOLUCIÓN CONCENTRADA.....	56
TABLA 6. ANÁLISIS QUÍMICO EN BASE A ÓXIDOS (% EN MASA) DE LA ARENA SILICOALUMINOSA NATURAL ESTUDIADA.....	61
TABLA 7. ÁREA BAJO LA CURVA DE LA ARENA SILICOALUMINOSA NATURAL POR ZONAS A), B) Y C).....	62
TABLA 8. ANÁLISIS QUÍMICO BASADO EN ÓXIDOS (% EN MASA) DEL POLVO OBTENIDO, COMPARADO CON LOS VALORES CORRESPONDIENTES DE UNA ZEOLITA NATURAL.....	68
TABLA 9. EL CÁLCULO DEL ÁREA BAJO LA CURVA DE LA DISTRIBUCIÓN DEL POLVO OBTENIDO DESPUÉS DEL TRATAMIENTO HIDROTERMAL PARA LAS ZONAS DEFINIDAS: A), B) Y C).....	70
TABLA 15. CAPACIDAD ANTIOXIDANTE DEL JUGO DE DIFERENTES VARIEDADES DE GRANADA Y SU MICROENCAPSULADO.....	72
TABLA 16. CONTENIDO TOTAL DE FENOLES, FLAVONOIDES, TANINOS Y ANTOCIANINAS EN VARIEDAD DE GRANADA Y MICROENCAPSULADO DISUELTO EN ETANOL Y AGUA.....	73
TABLA 17. CAPACIDAD ANTIOXIDANTE DEL COMPOSITO DE ZEOLITA CLINOPTILOLITA CON JUGO DE LA VARIEDAD CHILCUAUTLA Y CON MICROENCAPSULADO DE JUGO DE GRANADA.....	75

ABREVIATURAS

Å	Angstrom
ABTS•+	2,2'-azino-bis(3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico)
Al ³⁺	Aluminio
Al ₂ O ₃	Óxido de aluminio
BET	Brunauer, Emmett y Teller
Ca ⁺	Calcio
DPPH•	2,2-difenil-1-picrilhidrazil
DRX	Difracción de rayos X
EDS	Espectroscopía de energía dispersiva
H ₂ O	Agua
HEU	Tipo clinoptilolita
IUPAC	Unión Internacional de Química Pura y Aplicada
IZA	Asociación Internacional de Zeolitas
K ⁺	Potasio
KOH	Hidróxido de potasio
M.E.	Microencapsulado
MEB	Microscopía electrónica de barrido
Mg ⁺⁺	Magnesio
Na ⁺	Sodio
NaOH	Hidróxido de Sodio
Si ⁴⁺	Silicio
SiO ₄	Tetraóxido de silicio
µm	Micrometro

INTRODUCCIÓN

Las zeolitas son estructuras de silicato con diámetros de poro mínimos de 3 a 10 $\text{\AA}$, su estructura forma cavidades ocupadas por cationes como Na^+ , Ca^{2+} y de moléculas de agua (H_2O) con gran libertad de movimiento que permiten el intercambio iónico y la deshidratación reversible sin dañar su estructura cristalina. (Alonso et al., 2013)

Las zeolitas están compuestas principalmente por (Al^{3+}) y (Si^{4+}). La estructura cristalina está basada en las tres direcciones de la red cristalina con SiO_4 en forma tetraédrica con sus cuatro oxígenos compartidos con los tetraedros adyacentes. (Breck, 1974; Mumpton, 1985)

Las zeolitas naturales son aluminosilicatos compuestos de Na^+ , K^+ y Ca^{2+} , entre otros, con casi 40 especies diferentes, entre las cuales destacan la clinoptilolita, chabasita, filipsita y mordenita que son las más utilizadas por sus propiedades. (Jiménez, 2004)

Las zeolitas sintéticas en algunos casos, son idénticas en estructura a un análogo natural y son altamente porosas.

La zeolita tipo clinoptilolita ha sido empleada como acondicionador de suelos, en la fabricación de hormigón, mortero, lechada de pintura, yeso, asfalto, cerámica, revestimientos, adhesivos, cementos (Guzmán et al., 2020) y en contextos clínicos desempeñando papeles diversos, como componentes de hemostáticos, como en el caso de la esponja de coagulación avanzada. (Ottolino et al., 2007) Asimismo, han sido utilizadas en la formulación de fármacos gastroprotectores, como ocurre con Absorbatox® 2.4D, y han demostrado su eficacia como antioxidante, (Kraljević Pavelić et al., 2018; Laurino & Palmieri, 2015) como es el caso de Klinobind® (Ortega, 23 junio 2014), entre otras.

En esta investigación se busca estudiar:

1. la síntesis de zeolita clinoptilolita utilizando como precursores residuos de aluminio post-consumo ($\text{Al-Si}(\text{OH})_n$) (Ibarra-Cruz et al., 2021), arena silicoaluminosa natural como

precursor de Si^{4+} , KOH e NaOH, empleando zeolita natural como semilla, mediante el método hidrotermal.

2. Posteriormente la síntesis de zeolita tipo clinoptilolita, adicionada con:

- a. Jugo de granada (*Punica granatum* L.).
- b. Microencapsulado de jugo de granada.

que contribuirá a la preservación de las propiedades biológicas de los antioxidantes y la presencia de compuestos bioactivos del jugo de granada.

El presente trabajo se divide en cuatro capítulos:

Capítulo 1: Se presentan generalidades sobre: las zeolitas, explicando su definición, estructura cristalina y sus propiedades fisicoquímicas, como la alta porosidad y capacidad de intercambio iónico. Se hará mención de la clasificación de las zeolitas, haciendo énfasis en aquellas de origen natural y sintético, resaltando sus aplicaciones industriales, ambientales, en el tratamiento de aguas, en contextos clínicos. Seguidamente, se desarrollará el tema específico de la clinoptilolita sintética, detallando su estructura, composición química y propiedades distintivas. Se describirán los métodos más comunes para la síntesis, así como estudios recientes que exploran el uso de precursores reciclados. También se destacarán las diversas aplicaciones de esta zeolita, especialmente en la clínica.

A continuación, se hablará sobre el jugo de granada, explicando sus propiedades físicas y químicas adecuadas para preservar las propiedades bioactivas de la granada. Se discutirán las propiedades funcionales, incluyendo sus beneficios para la salud y su uso en las industrias alimentaria, farmacéutica y cosmética. Además, se revisarán estudios reportados de investigación sobre la incorporación de jugo de granada en la síntesis de materiales funcionales y su impacto en las propiedades de dichos materiales.

Otro tema relevante será la microencapsulación, un proceso clave en esta investigación. Se explicará en qué consiste, sus principios fundamentales. Se discutirán las ventajas de la microencapsulación, particularmente en la protección de compuestos bioactivos sensibles como

los presentes en el jugo de granada, y cómo este proceso puede mejorar la estabilidad y control de liberación de dichos compuestos. Se revisarán estudios previos que han explorado la microencapsulación del jugo de granada y su efectividad en la conservación de sus propiedades.

Posteriormente, se introducirá la teoría de la adsorción, explicando los principios que rigen este fenómeno en materiales porosos como las zeolitas. Se detallarán los mecanismos de adsorción que ocurren en las zeolitas. También se abordará el concepto de liberación controlada de compuestos bioactivos, explicando cómo la clinoptilolita, en combinación con la microencapsulación y el jugo de granada, puede facilitar la liberación gradual de compuestos activos presentes en la granada.

Finalmente, se tratará el impacto de la incorporación de sustancias naturales en materiales porosos, haciendo referencia a estudios donde extractos vegetales o jugos han sido adicionados a materiales como las zeolitas. Se discutirá cómo la adición de estos compuestos naturales afecta las propiedades estructurales y funcionales del material, mejorando las capacidades de adsorción, porosidad y estabilidad en diversas aplicaciones.

Capítulo 2: Se describe la síntesis de zeolita clinoptilolita, abordando los procedimientos y condiciones fundamentales para la obtención de este material. Se describirán los materiales y reactivos utilizados, detallando las fuentes de Si^{4+} y Al^{3+} , como la arena silicoaluminosa o el $(\text{Al-Si}(\text{OH})_n)$, y el uso de reactivos alcalinos como NaOH y KOH, esenciales para la activación de los precursores.

Se explicará la preparación de los precursores, incluyendo los procesos de molienda y disolución, además de la importancia de mantener la relación adecuada $\text{Si}^{4+}/\text{Al}^{3+}$, clave para la formación de la clinoptilolita. Se describirá el proceso de síntesis hidrotérmal, resaltando cómo parámetros la temperatura, el tiempo de reacción, la presión y el pH influyen en la cristalización de la zeolita.

La caracterización de la zeolita sintetizada será otro punto esencial del capítulo, se utilizaron de técnicas para:

- a) confirmar las fases cristalinas presentes, difracción de rayos X (DRX).
- b) observar la morfología la microscopía, electrónica de barrido (MEB).
- c) analizar la composición química, la espectroscopía de energía dispersiva (EDS).
- d) determinar el área superficial y la porosidad, el análisis BET. Además, se discutirán los resultados obtenidos en el análisis de adsorción/desorción de nitrógeno (N_2).

Capítulo 3: Se presenta las generalidades de la granada, el jugo de granada y su microencapsulado, se abordarán los aspectos fundamentales relacionados con la composición y propiedades de la granada, como sus componentes, variedades de estudio y resaltando sus propiedades benéficas a la salud.

Se explicará el proceso de extracción del jugo de granada, además, se presentarán las técnicas experimentales utilizadas para el análisis de la actividad antioxidante y la cuantificación de compuestos bioactivos en el jugo. Entre ellas:

- a) el ensayo ABTS⁺ y el método DPPH para evaluar la capacidad antioxidante,
- b) el análisis de antocianinas mediante técnicas espectrofotométricas
- c) la cuantificación de flavonoides y fenoles totales con métodos como Folin-Ciocalteu,
- d) La determinación de taninos utilizando procedimientos específicos como el método de vanilina.

Finalmente, se realizará un análisis comparativo entre el jugo de granada fresco y el jugo microencapsulado, evaluando la estabilidad de los compuestos bioactivos y la eficiencia del proceso de encapsulación en la conservación de los antioxidantes, así como su liberación controlada.

Capítulo 4: Muestra los resultados y la discusión obtenidos de la caracterización de la muestra de la zeolita clinoptilolita sintética adicionada con jugo de granada y la zeolita clinoptilolita adicionada con microencapsulado de jugo de granada, se explorarán varios aspectos clave sobre la interacción entre estos componentes.

Además, se abordarán los efectos del jugo de granada en las propiedades de la zeolita, incluyendo cambios en la morfología y estructura que se estudiarán a través de MEB y DRX.

Se presentarán los métodos de evaluación de la actividad antioxidante, como los ensayos ABTS⁺ y DPPH, para medir la eficacia de la zeolita clinoptilolita con y sin adición de jugo de granada. Los resultados se compararán, analizando las diferencias en la actividad antioxidante de ambas formulaciones.

CAPITULO I. ZEOLITA

Geológicamente, las zeolitas son minerales que se originan a partir de procesos volcánicos, formándose cuando las cenizas volcánicas se depositan en lagos con aguas ricas en contenido alcalino. La interacción entre estas cenizas y las sales disueltas en el agua de los lagos resulta en la formación de diferentes tipos de zeolitas naturales.

En 1756, el geólogo y mineralogista Axel F. Cronstedt, reconocido por haber descubierto el níquel como elemento metálico, identificó a las zeolitas como un grupo de minerales con propiedades comunes entre sus miembros de dicho grupo. Al observar que la estilbita, un mineral de origen volcánico, al ser calentada liberaba agua en forma de vapor de manera rápida y visible, decidió nombrar este grupo como "zeolitas". El término proviene del griego *zeo* (hervir) y *lithos* (piedra), lo que alude al fenómeno de "piedras hirvientes" que Cronstedt observó durante sus experimentos con la estilbita. A medida que transcurrió el tiempo, se fueron descubriendo numerosas zeolitas naturales, frecuentemente halladas en formaciones geológicas, desempeñando un papel crucial en diversas aplicaciones, tales como desecantes, catalizadores y adsorbentes (Alfredo, 2021).

Las zeolitas sintéticas surgieron como resultado de investigaciones orientadas a ampliar las aplicaciones de sus contrapartes naturales. En 1950, la empresa Linde de Union Carbide Corporation en Estados Unidos sintetizó por primera vez una zeolita artificial con fines de intercambio iónico, abriendo paso a su uso posterior como catalizadores, adsorbentes y detergentes. Los objetivos principales fueron: realizar en laboratorio la síntesis de clinoptilolita; caracterizar el producto por DRX, compararlo con patrones de referencia; y escalar la síntesis multiplicando por cinco la cantidad de reactivos. Los resultados abrieron nuevas posibilidades para estudios futuros en la optimización de la síntesis a mayor escala. (Morante et al., 2005)

En México, las zeolitas naturales fueron descubiertas en la década de 1970, destacando entre los principales yacimientos los localizados en los estados de Oaxaca y Sonora. No obstante,

se han identificado depósitos en diversas regiones del país, Tabla, lo que refleja una amplia distribución geológica de estos minerales. En el estado de Hidalgo, se han reportado importantes especies zeolíticas naturales, entre las que se encuentran analcima, clinoptilolita, chabazita, estilbita, lomontita y natrolita. (Novo Fernández & Costafreda Mustelie, 2018)

Tabla 1. Relación de especies zeolíticas procedentes de diferentes estados de México, determinadas por difracción de rayos x. (Novo Fernández & Costafreda Mustelie, 2018)

Estado	Relación de especies zeolíticas
Baja California Norte	Analcima, Chabazita, Escolecita, Estilbita, Mesolita, Natrolita, Tomsonita.
Baja California Sur	Heulandita, Mesolita, Natrolita.
Chihuahua	Clinoptilolita, Estilbita, Harmotomo, Lomontita, Mordenita, Natrolita, Tomsonita.
Guanajuato	Clinoptilolita, Chabazita, Estilbita, Lomontita, Mesolita, Mordenita, Natrolita.
Guerrero	Heulandita Clinoptilolita
Hidalgo	Analcima, Clinoptilolita, Chabazita,, Estilbita Lomontita, Natrolita.
Jalisco	Analcima, Clinoptilolita, Chabazita, Escolecita, Estilbita, Gmelinita, Heulandita, Mesolita, Natrolita.
Estado de México	Estilbita, Harnotoma.
Michoacán	Clinoptilolita, Escolecita, Estilbita, Harmotoma, Mesolita, Taumasita, Wairakita.
Morelos	Mesolita, Natrolita.
Oaxaca	Mesolita, Natrolita, Heulandita.
Puebla	Clinoptilolita, Mordenita.
San Luis Potosí	Clinoptilolita, Escolecita, Estilbita, Mordenita, Natrolita.
Sonora	Clinoptilolita, Estilbita, Harmotoma, Heroinita, Lamontita, Mordenita.
Tlaxcala	Clinoptilolita.
Veracruz	Clinoptilolita.
Zacatecas	Escolecita, Estilbita, Gismondina, Natrolita, Taumasita.

La tabla presenta las distintas zeolíticas que se formaron bajo las mismas condiciones físico-químicas en yacimientos en diversos estados del país.

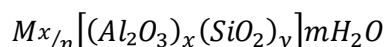
Las zeolitas comparten una composición similar a las arcillas, ya que ambas son aluminosilicatos porosos. Sin embargo, difieren significativamente en su estructura cristalina. Mientras que las arcillas presentan una organización basada en el apilamiento de planos de iones, oxígeno e hidroxilos, sus grupos tetraédricos se conectan compartiendo tres de sus cuatro átomos de oxígeno con otros grupos vecinos. Esto da lugar a capas de extensión infinita que forman la unidad estructural básica de las arcillas.

1.1 Estructura

Las zeolitas abarcan un grupo de aluminosilicatos cristalinos e hidratados de aluminio, que presentan una ordenación tridimensional, pertenecientes a la clase de los tectosilicatos. Se caracterizan por una estructura tridimensional abierta que les confiere una notable capacidad para incorporar y liberar tanto moléculas de agua como cationes, sin que ello implique alteraciones significativas en su estructura cristalina. (Costafreda Musteliet, 2011)

En muchas zeolitas, la estructura se basa en una unidad de construcción ampliada formada por 24 tetraedros de (Si^{4+}) y (Al^{3+}), conocida como octaedro truncado. Esta estructura se obtiene al cortar los vértices de un octaedro mediante un plano perpendicular, creando un cuerpo geométrico con 6 caras cuadradas y 8 caras hexagonales (anillo-6), donde las caras cuadradas no comparten vértices entre sí.

En el caso de las zeolitas, todas ellas comparten una fórmula general expresada como



Donde:

M: representa los cationes (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} ...)

x y y : indican la cantidad de unidades de (Al_2O_3) y (SiO_2) , respectivamente.

n : es la valencia del catión (por ejemplo, 1 para Na^+ , 2 para Ca^{2+}).

m : representa las moléculas de agua contenidas en la estructura.

La estructura de las zeolitas está formada por tetraedros, es decir, unidades compuestas por un átomo central de (Si^{4+}) o (Al^{3+}) rodeado por cuatro átomos de oxígeno. Estas unidades son:

$[SiO_4]^{4-}$: cuando el centro es (Si^{4+}) .

$[AlO_4]^{5-}$: cuando es (Al^{3+}) .

Estos tetraedros se conectan por sus vértices, compartiendo átomos de oxígeno, lo que da lugar a una red tridimensional. En los casos donde solo hay tetraedros de (Si^{4+}) , la red es eléctricamente neutra, como en el cuarzo, Figura 1.

1.2.1 Sustitución de átomos en la red y desequilibrio eléctrico

En la estructura básica de las zeolitas, los átomos de (Si^{4+}) se encuentran en el centro de un tetraedro formado por cuatro átomos de oxígeno, dando lugar al grupo $[SiO_4]^{4-}$. Este grupo es eléctricamente neutro cuando se conecta con otros tetraedros de SiO_4 mediante puentes de oxígeno.

Sin embargo, durante la formación de la zeolita, algunos átomos de (Si^{4+}) son reemplazados por átomos de (Al^{3+}) . Esto cambia el grupo a $[AlO_4]^{5-}$.

Ahora bien, el Si tiene carga 4^+ y el Al tiene carga 3^+ . Al sustituir Si^{4+} por Al^{3+} , queda una carga negativa extra en el tetraedro porque falta una unidad de carga positiva para mantener la neutralidad.

1.2.1 Orientación o dirección en la red cristalina

En cristalografía, las direcciones dentro de un cristal se expresan mediante los llamados índices de dirección de Miller, Estos índices están relacionados con el sistema de ejes cristalográficos de la celda unitaria, que es la unidad repetitiva básica que forma toda la estructura cristalina.

- a) El eje **a** corresponde al índice 1 en la primera posición, ejemplo [100].
- b) El eje **b** corresponde al índice 1 en la segunda posición, [010].
- c) El eje **c** corresponde al índice 1 en la tercera posición, [001].

La zeolita clinoptilolita tiene una estructura perteneciente al tipo HEU, que presenta un sistema de canales bidimensional formado por:

- a) Canales de 10 miembros que corren en dirección [001]. Figura 2.
- b) Canales de 8 miembros que corren en dirección [001]. Figura 3.
- c) Otro conjunto de canales de 8 miembros en dirección [100]. Figura 4.

Estos canales forman un entramado bidimensional que permite el paso de moléculas a través de la red. Cada canal tiene dimensiones específicas que se muestran en la Tabla 2.

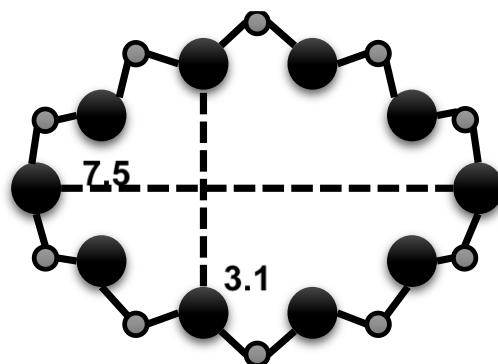


Figura 1. B2) 10- Anillo visto a lo largo [001] corresponde al eje c de la celda unitaria, unidades Å,
(Database, 2007)

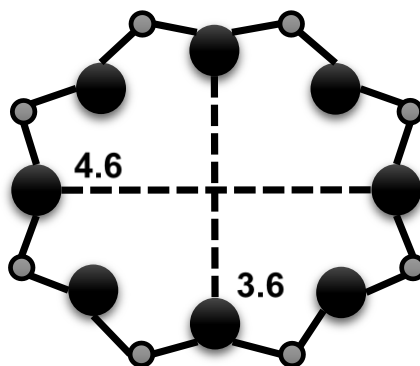


Figura 2. B1) 8- Anillo visto a lo largo [001] corresponde al eje c de la celda unitaria, unidades Å
(Database, 2007)

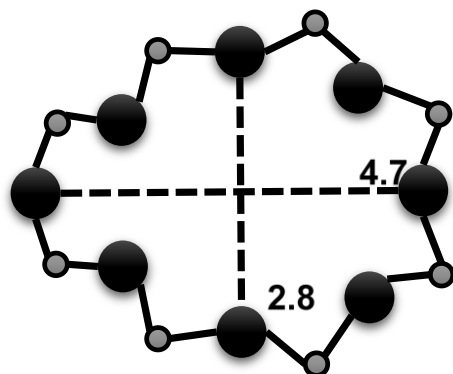


Figura 3. A) 8- Anillo visto a lo largo [100] corresponde al eje a de la celda unitaria, unidades Å
(Database, 2007)

2.2.1 Compensación de la carga

Ese desequilibrio eléctrico se compensa con la incorporación de cationes metálicos positivos (como Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , etc.), los cuales se alojan en los canales y cavidades de la estructura de la zeolita.

Estos cationes no forman parte de la red rígida de tetraedros, pero están dentro de los poros y son intercambiables, lo que permite aplicaciones como el intercambio iónico.

Conexiones entre tetraedros y formación de estructuras

Cada tetraedro (ya sea $[\text{SiO}_4]^{4-}$ o $[\text{AlO}_4]^{5-}$) se puede unir con otros tetraedros compartiendo oxígenos en sus vértices. Al compartir dos, tres o incluso los cuatro vértices, se pueden formar diferentes formas y tamaños de cavidades o canales. Cuando dos tetraedros comparten un oxígeno, eso se llama un puente de oxígeno. Esto suele representarse con una línea recta en los esquemas.

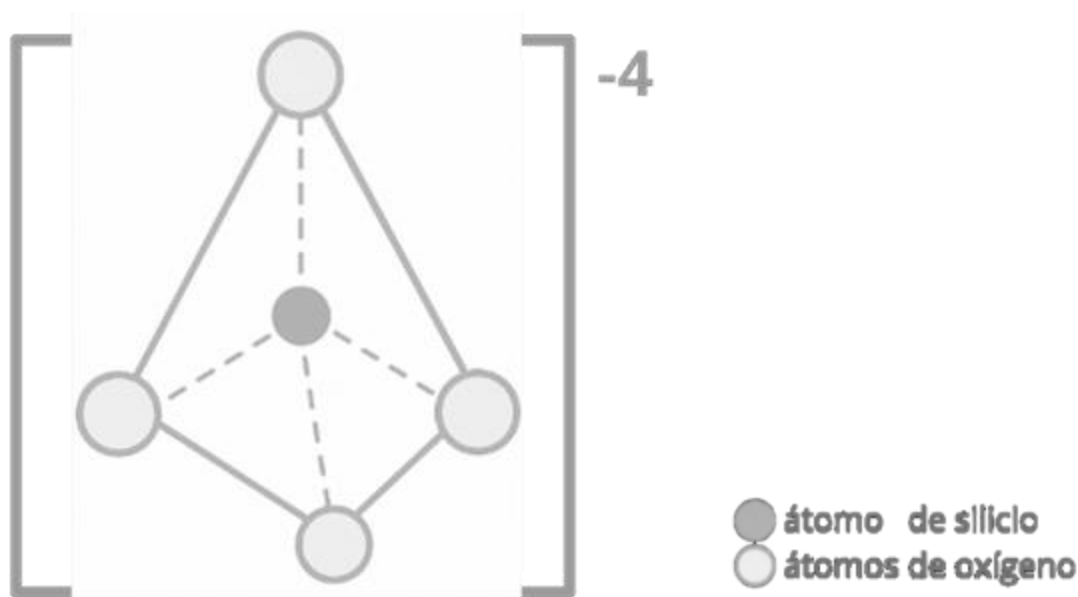


Figura 4. Representación de la disposición espacial de los cationes y aniones

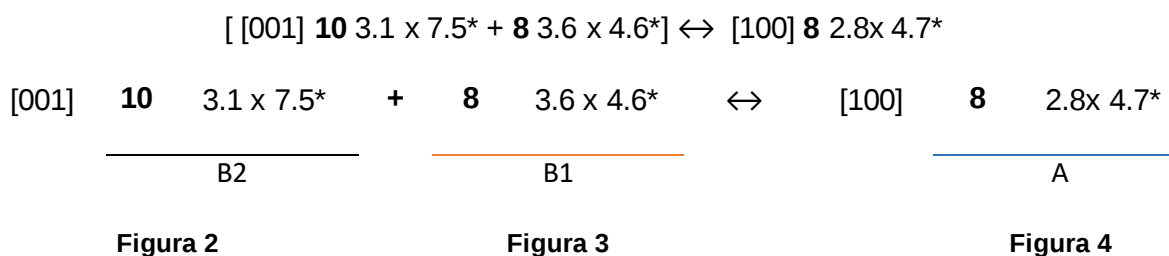
Poros, canales, cavidades

Las zeolitas son materiales con una estructura interna muy especial: tienen muchos poros, canales y cavidades diminutas, del tamaño de moléculas. Esta característica es fundamental porque determina para qué se puede usar cada tipo de zeolita. Dentro de una zeolita hay una especie de "laberinto" de canales microscópicos que permiten que ciertas moléculas pequeñas entren y queden adsorbidas. Este comportamiento se compara con un tamiz molecular, es decir,

un filtro que deja pasar solo moléculas que tienen el tamaño adecuado. El tamaño de los poros es crucial: si una molécula es muy grande, no podrá entrar. Estos poros son microscópicos, del orden de Ångströms ($1 \text{ Å} = 0.1 \text{ nm}$), por eso se dice que las zeolitas son microporosas. Gracias a esta estructura, son adsorbentes muy eficaces. (Cortés, 2009)

La zeolita clinoptilolita tiene un sistema de canales bidimensionales y consta de anillos tetraédricos de 10 miembros, Figura 2, de ocho miembros, Figura 3 (Baerlocher et al., 2007), y la responsable de la estructura bidimensional es un canal adicional de 8 miembros entrecruzados con estos canales (Armbruster & Gunter, 2001).

La zeolita clinoptilolita presenta una estructura clasificada como HEU, de acuerdo con la base de datos de la Asociación Internacional de Zeolitas (IZA, por sus siglas en inglés), la cual organiza las estructuras alfabéticamente mediante un código de tres letras. Esta estructura se caracteriza por un sistema bidimensional formado por tres tipos de canales, representados en la siguiente notación:



El número de asteriscos en la notación indica si el sistema de canales es unidimensional, bidimensional o tridimensional. Los sistemas de canales interconectados están separados por una flecha doble ($\leftrightarrow$). Una barra vertical (|) significa que no hay acceso directo de un sistema de canales al otro.

Olguín, describe que la zeolita clinoptilolita cuenta con tres canales huecos de distintos tamaños como se muestra en la Tabla 2 donde: **A** es un canal formado por anillos contiguos de 8 miembros con un acceso libre de $0.26 \times 0.47 \text{ nm}$, y **B** son dos canales paralelos: **B1** Formado

de 8 miembros con ventanas de acceso de 0.33 x 0.46 nm y **B2**. Formado de 10 miembros con acceso de 0.3 x 0.76 nm. (Olguín, 2009), cada uno con sitios específicos (M1, M2, M3, M4) ocupados por cationes como Na^+ , Ca^{2+} , K^+ , y Mg^{2+} . Estos materiales han sido ampliamente estudiados y utilizados en diversas áreas científicas y tecnológicas debido a su capacidad de adsorción, intercambio iónico y catálisis (Curi et al., 2006).

Tabla 2. Tipos de canales y dimensiones de la zeolita clinoptilolita (Database, 2007; Olguín, 2009).

CANALES	A	B		Fuente
		B1	B2	
ANILLOS	8 Miembros	8 Miembros	10 Miembros	IZA, (Olguín, 2009)
DIMENSIONES (Å)	2.8 x 4.7	3.6 x 4.6	3.1 x 7.5	IZA
DIMENSIONES (Å)	2.6 x 4.7	3.3 x 4.6	3.0 x 7.6	(Olguín, 2009)

Porosidad

La zeolita HEU son aluminosilicatos cristalinos que se puede caracterizar por tres tipos de porosidad: microporosos (≤ 2 nm), mesoporosos (2-50 nm) y macroporosos (≥ 50 nm), considerando el diámetro interno del poro o la distancia. (Ishizaki et al., 2013; Kowalczyk et al., 2006; Lowell et al., 2012).

La clinoptilolita es un tipo de zeolita que tiene una estructura porosa con cuatro sitios catiónicos donde se pueden ubicar distintos cationes. Estos sitios están dentro de canales con anillos de 10 o 8 átomos de oxígeno, Figura 5:

M(1) y M(2) → Están en los canales grandes (10 anillos), llamados A y B.

M(3) y M(4) → Están en los canales más pequeños (8 anillos).

Los canales A y B son paralelos y se conectan por anillos de oxígeno. Cuando un catión se mueve o migra dentro de los canales, encuentra diferentes barreras de energía dependiendo del canal y del sitio en el que esté:

En M(1): el catión está unido a 2 oxígenos + 5 moléculas de agua.

En M(2): está coordinado con 3 oxígenos + 5 moléculas de agua.

Esto implica que el entorno en M(2) es más "cerrado", por lo tanto, un catión allí necesita más energía para moverse o salir (mayor energía de activación, E_a).

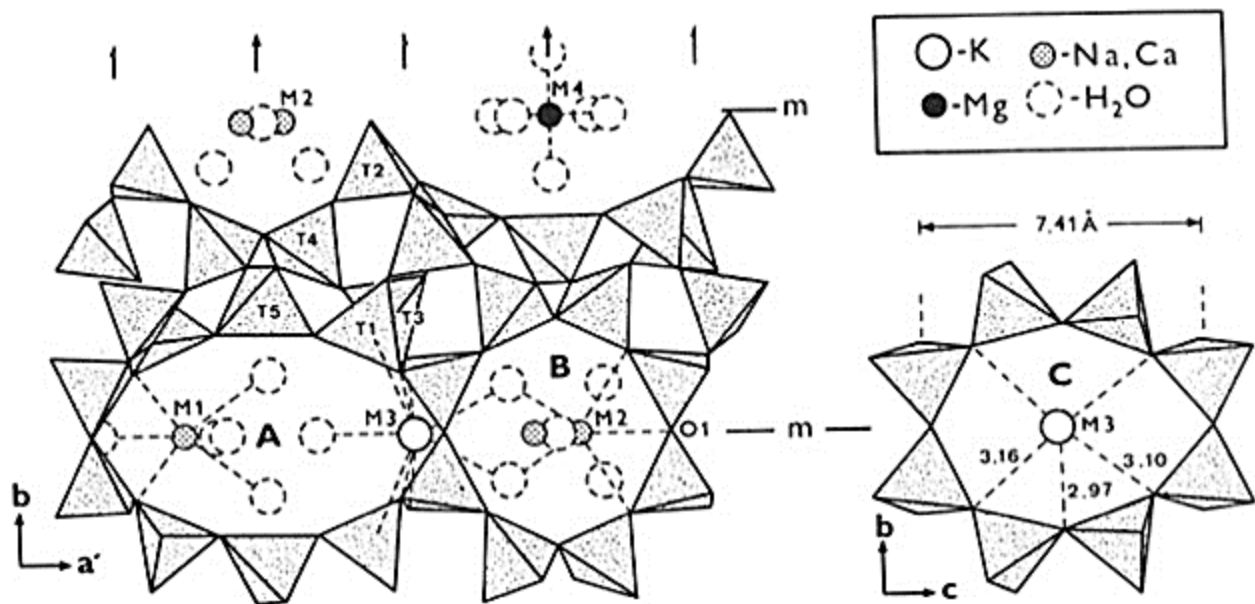


Figura 5. Estructura de la clinoptilolita mostrando los sitios catiónicos M(1) a M(4) en los canales formados por anillos de 10 y 8 miembros. Los cationes Na⁺ y Ca²⁺ se localizan en M(1) y M(2), K⁺ en M(3) y Mg²⁺ en M(4). Las moléculas de agua están representadas como círculos punteados. (X. Wang et al., 2016).

¿Cómo se mide la porosidad en zeolitas?

La porosidad de las zeolitas se mide principalmente mediante adsorción de gases, comúnmente nitrógeno (N_2), utilizando el método BET (Brunauer–Emmett–Teller). El método (Hernández, 2005) consiste en:

I. Preparación de la muestra: La muestra de zeolita se des gasifica (se le extrae la humedad y gases adsorbidos) mediante calentamiento al vacío.

II. Adsorción de nitrógeno

- Se expone la muestra a diferentes presiones relativas de nitrógeno a temperaturas bajas (normalmente 77 K, temperatura del nitrógeno líquido).
- El nitrógeno se adsorbe en los poros de la zeolita.

III. Isoterma de adsorción-desorción

Se obtiene una isoterma, que grafica el volumen de gas adsorbido en función de la presión relativa.

IV. La forma de la isoterma indica el tipo de porosidad:

Tipo I: microporos (< 2 nm).

Tipo IV: mesoporos (2–50 nm).

Tipo II o III: macroporos (> 50 nm) o no porosos.

V. Cálculo del área superficial y volumen de poros

A partir de la isoterma se calcula:

- Área superficial específica (m^2/g) usando el modelo BET.
- Volumen total de poros.
- Distribución del tamaño de poros, usando modelos como BJH (Barrett–Joyner–Halenda).

¿Qué indica la porosidad?

Una alta área superficial indica una buena capacidad de adsorción o catálisis. Tipo de poros (micro, meso, macro) define para qué aplicaciones es útil (ej. separación molecular, almacenamiento, liberación controlada, etc.) (Hernández, 2005).

Materiales mesoporosos como sistemas de liberación de compuestos bioactivos

Los materiales mesoporosos de base silícea han cobrado gran relevancia en el desarrollo de sistemas de liberación de compuestos activos, debido a sus propiedades estructurales, tales como su elevada área superficial, volumen de poro y distribución controlada de tamaños de poro. Estas características permiten la incorporación y estabilización de moléculas dentro de su estructura, modificando su comportamiento fisicoquímico en comparación con su estado en fase bulk o cristalina.(Qian & Bogner, 2012).

En este contexto, los materiales mesoporosos no solo han sido utilizados en la liberación de fármacos, sino que su potencial puede extenderse al transporte y protección de compuestos bioactivos de origen natural, como los presentes en el jugo de granada. La encapsulación de estos compuestos dentro de matrices silicoaluminosas amorfas podría favorecer su estabilidad, protegerlos de la degradación y mejorar su disponibilidad en sistemas biológicos.

1.2 Clasificación de las Zeolitas

En la naturaleza se han identificado más de 60 tipos diferentes de zeolitas naturales, cada una con una estructura cristalina y composición química propias. Estas zeolitas se forman mediante procesos geológicos a lo largo de miles o millones de años, usualmente por la alteración hidrotermal de cenizas volcánicas depositadas en ambientes acuosos con un pH alcalino. Es

decir, se originan cuando materiales volcánicos entran en contacto con aguas alcalinas, como las de algunos lagos, permitiendo la lenta cristalización de estas estructuras porosas.

Mientras que en laboratorios se han desarrollado zeolitas sintéticas. Estas se obtienen mediante síntesis controlada, utilizando reactivos químicos como fuentes de (Si^{4+}) y (Al^{3+}), en presencia de agentes alcalinos (por ejemplo, NaOH o KOH), y bajo condiciones específicas de temperatura, presión y tiempo de reacción. La síntesis permite ajustar parámetros como la relación Si/Al, el tamaño de poro o la morfología, lo que da lugar a materiales diseñados a medida según su aplicación. Durante estos procesos de síntesis, la formación de fases amorfas es inherente a la mayoría de las rutas empleadas.

El estudio de las zeolitas es un campo en constante evolución. Aún se siguen descubriendo nuevas zeolitas naturales, mientras que la investigación impulsa la creación de nuevas estructuras sintéticas, motivadas por aplicaciones industriales emergentes, como catálisis heterogénea, procesos petroquímicos, adsorción selectiva de gases, tratamiento de aguas o liberación controlada de fármacos.

Cada zeolita tiene una estructura única de canales y cavidades que define sus propiedades como:

- Tamaño de poro y forma de canal, que afectan su capacidad para adsorber moléculas.
- Relación Si/Al, que influye en su acidez y capacidad de intercambio iónico.
- Estabilidad térmica y química, crucial para aplicaciones catalíticas o en ambientes agresivos.

Por ello, la elección de una zeolita adecuada (natural o sintética) depende estrictamente del tipo de aplicación deseada.

Tabla 3. Comparación entre zeolitas naturales y zeolitas sintéticas en términos de origen, propiedades y aplicaciones. (Cortés, 2009)

Aspecto	Zeolitas naturales	Zeolitas sintéticas
Origen	Formación geológica natural (cenizas volcánicas + aguas alcalinas)	Procesos de laboratorio con reactivos químicos y energía
Diversidad estructural	Más limitadas a estructuras que ocurren en la naturaleza	Mayor variedad, muchas no tienen análogo natural
Control de propiedades	Propiedades definidas por la naturaleza	Propiedades ajustables (poros, composición, cristalinidad, etc.)
Estabilidad ácida	Generalmente mayor resistencia a medios ácidos	Algunas son más sensibles a descomposición en medios ligeramente ácidos
Costo y disponibilidad	Más abundantes y económicas, aunque menos puras	Más costosas pero con alta pureza y selectividad funcional

La tabla 3 muestra la comparación general de las principales características distintivas entre zeolitas naturales y zeolitas sintéticas, considerando su origen, diversidad estructural, comportamiento químico y aplicaciones potenciales.

1.3 Zeolita sintética

Lo trascendental en la evolución de las zeolitas tuvo lugar en la década de 1950, cuando se materializaron las primeras zeolitas sintéticas. Este acontecimiento marcó un punto de inflexión significativo en la comprensión y aplicación de estos materiales, abriendo nuevas perspectivas y posibilidades en el ámbito de la investigación científica y la ingeniería de materiales

Las zeolitas son un ejemplo de los tamices moleculares cristalinos microporosos son materiales sólidos con una estructura altamente ordenada que contiene poros o canales de tamaño molecular (generalmente menores a 2 nm). La estructura de estos materiales permite que funcionen como filtros moleculares, es decir, que dejen pasar o retengan ciertas moléculas en

función de su tamaño o forma, Giannetto (Giannetto et al., 2000) menciona: Características principales de las zeolitas y su naturaleza, método de síntesis hidrotermal, y etapas básicas de la síntesis de zeolitas:

Características principales de las zeolitas y su naturaleza

Giannetto menciona que la estructura de las zeolitas es ordenada a nivel atómico. Poseen poros uniformes con tamaños del orden de angstroms ($1 \text{ \AA} = 0.1 \text{ nm}$). Son capaces de discriminar entre moléculas de tamaños o formas distintas. Su estructura contiene cationes intercambiables que compensan la carga negativa del armazón, lo que les permite atraer y fijar otros cationes o moléculas. Los tamices moleculares microporosos están compuestos por unidades básicas de tetraedros de SiO_4 y AlO_4 , en donde los átomos de (Si^{4+}) o (Al^{3+}) se encuentran en el centro del tetraedro y los átomos de oxígeno en los vértices. Estos tetraedros se enlazan mediante oxígenos compartidos, dando lugar a una red tridimensional. La sustitución de Si^{4+} por Al^{3+} en el armazón genera una carga negativa que es compensada por cationes (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , entre otros) alojados en los canales y cavidades. Estos cationes son intercambiables, lo que da lugar a la propiedad de intercambio iónico característica de las zeolitas. La red microporosa está formada por cavidades internas conectadas por canales, lo que permite el ingreso selectivo de moléculas pequeñas.

Método síntesis hidrotermal

En la década de los 1980s, Wirsching desarrolló un método hidrotermal "abierto" que permitió la conversión de minerales naturales en heulandita, aunque este proceso requería un tiempo de reacción prolongado, superando los 24 días. (Wirsching, 1981)

El proceso de síntesis de tamices moleculares como las zeolitas puede emular las condiciones naturales, pero en un ambiente controlado de laboratorio. Es lo que se conoce como síntesis hidrotermal. El proceso se basa en (Legorreta-García et al., 2024; Yusuf et al., 2019) someter una mezcla de precursores, generalmente compuestos que contienen sílice y alúmina, como NaOH, KOH, SiO₂ y Al(OH)₃ o similares, a altas temperaturas y presiones en presencia de agua, lo que favorece la cristalización de la zeolita deseada.

La mezcla se introduce en un reactor o autoclave cuyo interior está recubierto con politetrafluoroetileno (PTFE), también conocido por su nombre comercial Teflón. Este material es químicamente inerte y resistente a las condiciones agresivas del proceso (altas temperaturas y soluciones alcalinas). Este reactor de PTFE se coloca dentro de un recipiente de acero inoxidable que cumple dos funciones:

- I. Proporcionar resistencia mecánica para soportar la presión generada durante el calentamiento.
- II. Distribuir el calor de manera uniforme, asegurando condiciones homogéneas dentro del reactor.

Durante la síntesis hidrotermal, se pueden modificar ciertos parámetros clave que determinan el tipo de zeolita que se obtiene, su estructura cristalina, su tamaño de partícula, su área superficial, entre otros. Los más importantes son:

- I. **Tiempo de reacción:** Puede variar desde unas pocas horas hasta varios días. Tiempos cortos (5 h) pueden generar mezclas de fases o productos parcialmente cristalizados. Tiempos prolongados (>24 h o incluso hasta 240 h) favorecen la formación de fases más estables, pero también pueden transformar fases iniciales. El tipo de zeolita, la relación Si/Al, y los aditivos utilizados influyen en la duración óptima del proceso. Métodos avanzados como el sembrado o síntesis en dos etapas permiten controlar la nucleación y reducir o ajustar el tiempo necesario según el tipo de estructura buscada (Villaquirán-Caicedo et al., 2016).

II. Temperatura de reacción: Generalmente se encuentra entre 100 °C y 200 °C. La temperatura influye en la velocidad de cristalización. Villaquirán (Villaquirán-Caicedo et al., 2016) menciona que cuando se trabaja con una relación Si/Al cercana a 1, se recomienda utilizar temperaturas no superiores a 85 °C para favorecer la formación de estructuras estables. En cambio, para relaciones Si/Al de hasta 2.5, es común emplear temperaturas de síntesis más elevadas y añadir fuentes adicionales de silicatos u otros aditivos que faciliten la formación de la estructura deseada.

III. Concentración de precursores: Cambiar la proporción de sílice, alúmina y agua puede dar lugar a distintas estructuras de zeolita. Por ejemplo, un mayor contenido de sílice favorece la formación de zeolitas con mayor relación Si/Al, lo que mejora su estabilidad térmica y acidez.

Síntesis de zeolitas

En los últimos años, se ha observado un creciente interés de los investigadores sobre la síntesis de clinoptilolita, específicamente en la adición de clinoptilolita como fase sólida natural o sintetizada, utilizándola como cristal semilla (González et al., 2024) en sistemas de síntesis hidrotermal.

La síntesis hidrotermal resulta benéfica ya que se pueden variar los parámetros experimentales tanto el tiempo como la temperatura, y la concentración de los precursores, según el tipo de zeolita que se desea obtener (Legorreta-García et al., 2024).

La síntesis de zeolitas implica la preparación de una solución aluminosilicatos, seguida de un proceso de cristalización controlada. Este proceso se lleva a cabo bajo condición hidrotérmica, que permiten la formación de estructuras cristalinas de zeolitas con una distribución de poros adecuada. La elección de una zeolita particular depende de las propiedades esenciales para su aplicación potencial, tales como tamaño de poro, estabilidad química y térmica, así como su

capacidad de carga. Este proceso se guía por factores como la composición química y la morfología de los cristales. En este contexto, se sugiere enfocarse en la zeolita clinoptilolita-heulandita como material de interés, ya que su composición química contiene (Na^+ , K^+ , Si^+ y Al^+). Esto hace de esta zeolita una candidata prometedora para diversas aplicaciones, especialmente en contextos clínicos y como una opción destacada en este estudio (Guzmán et al., 2020).

Antes de alcanzar la cristalización, el sistema atraviesa diversos estados no cristalinos, incluyendo soluciones supersaturadas de especies monoméricas y oligoméricas de silicio y aluminio, así como geles silicoaluminosos ricos en unidades estructurales tipo Q^3 y Q^4 ($\text{Si}(\text{OSi})_n(\text{OH})_{4-n}$). Asimismo, pueden formarse coloides o partículas de pre-nucleación, con tamaños del orden de 2 a 10 nm, que actúan como proto-núcleos en el proceso de cristalización.

Conforme avanza la reacción, se desarrollan redes tridimensionales amorfas como resultado de la condensación de especies de silicato y aluminato bajo condiciones alcalinas. Incluso en materiales que aparentan ser completamente amorfos mediante difracción de rayos X (DRX), puede existir un orden de corto alcance, asociado a la presencia de unidades estructurales primarias típicas de zeolitas (como sodalita, MFI o BEA), sin que se establezca un orden periódico suficiente para considerarlas estructuras cristalinas.

La obtención de materiales amorfos durante la síntesis puede estar influenciada por diversos factores, tales como tiempos de reacción insuficientes que conducen a una cristalización incompleta, temperaturas relativamente bajas (inferiores a 120–150 °C) que limitan la reorganización estructural, o relación Si/Al extremas que afectan la estabilidad del sistema. De igual forma, la ausencia o deficiencia de del agente director de estructura ADE, la presencia de impurezas metálicas en las materias primas, así como una cinética rápida de gelificación, pueden impedir la formación de una red cristalina ordenada.

Giannetto (Giannetto et al., 2000) menciona las siguientes etapas de la síntesis de zeolitas:

- I. **Preparación del gel precursor:** Se mezclan fuentes de (Si^{4+}) como silicato de sodio o sílice coloidal y de (Al^{3+}) como aluminato de sodio. Se ajusta el pH con agentes alcalinos (NaOH o KOH). En muchos casos se agrega un agente director de estructura (ADE): una molécula orgánica o catión que orienta la formación del armazón cristalino. Ejemplos: tetrapropilamonio (TPA^+) o tetraetilamonio (TEA^+).
- II. **Síntesis hidrotermal:** La mezcla se introduce en un reactor cerrado (autoclave) y se calienta a temperaturas que suelen estar entre 90 y 200 °C durante varias horas o días. Bajo estas condiciones, se forma la estructura cristalina de la zeolita.

Procedimiento de post-síntesis

- III. **Enfriamiento, lavado y secado:** Se enfría el sistema, se recuperan los cristales, se lavan para eliminar restos de reactivos y se secan.
- IV. **Eliminación del agente director de estructura ADE (si se usó):** Se lleva a cabo por calcinación (tratamiento térmico a 500–600 °C en atmósfera oxidante) o por extracción química. Esto libera los canales internos, dejando activo el sistema microporoso
- V. **El producto puede ser:** Cristalino con poros definidos, útil como tamiz o amorfo altamente poroso que exhibe características texturales interesantes a pesar de carecer de la cristalinidad detectada por difracción de rayos X.

Después de que finalizó la síntesis (Yusuf et al., 2019), para detener la reacción química que ocurría en el interior del reactor o frascos de síntesis, se colocaron inmediatamente en agua fría o puede dejarse enfriar a temperatura ambiente. Este enfriamiento rápido evita que continúen los procesos de cristalización o disolución no deseados y estabiliza el producto formado.

Una vez que se enfrió el contenido, se separó el sólido (el producto sintetizado) del líquido remanente utilizando un proceso de filtración, normalmente con papel filtro o una membrana.

El sólido recuperado se lava con agua destilada para eliminar residuos como NaOH o KOH u otros reactivos solubles. El lavado se continuó hasta que el agua que pasaba a través del filtro y se obtuvo un pH menor a 10, lo que indica que ya no hay exceso de sustancias alcalinas. Un pH inferior a 10 sugiere que el material está suficientemente limpio para su posterior análisis.

Después del lavado, el sólido se coloca en un horno (generalmente de secado) a una temperatura moderada (80 °C) durante unas 12–16 horas. Esto elimina el exceso de agua y deja el material completamente seco.

Una vez seco, el material está listo para ser caracterizado por difracción de rayos X, microscopía electrónica, área superficial (BET), entre otros, para conocer sus propiedades

1.4 Técnica de sembrado

Particularmente para sintetizar una clase de zeolita con estructura específica (zeotipos), se utilizan sustancias llamadas agentes directores de estructura o ADE, que funcionan como plantillas que ayudan a darle forma a la estructura cristalina del zeotipo. Aunque los ADE ayudan a obtener materiales con propiedades útiles, son caros. Además, requieren una etapa de calcinación (calentamiento a altas temperaturas) para eliminar el ADE y dejar libres los poros de la zeolita.

Para reducir o eliminar los ADE, se han desarrollado otras estrategias, como:

- Tratamiento hidrotermal (proceso de síntesis a alta temperatura y presión en agua).
- Técnica de sembrado.
- Sonicación (uso de ultrasonido).
- Uso de ADE ecológicos o biodegradables.

La técnica de sembrado (Muñoz et al., 2024; Nada & Larsen, 2017) consiste en agregar pequeños cristales de zeolita ya formados (semillas) a la mezcla de reacción. Estas semillas ayudan a guiar la formación de una estructura cristalina específica. Una de sus ventajas es que

acelera el proceso de cristalización. Sin embargo, el tipo de semilla usada influye mucho en el resultado final. Factores como la composición química, tamaño de partícula, nivel de aglomeración y cantidad de semilla pueden hacer que se forme una fase cristalina igual o distinta a la de la semilla.

1.5 Formación de fases amorfas en la síntesis de zeolitas

Durante la síntesis de zeolitas en medio alcalino, la formación de fases amorfas constituye una etapa fundamental e inherente al proceso de cristalización. Inicialmente, las fuentes de silicio y aluminio, tales como sílice amorfa o aluminosilicatos, se disuelven parcial o totalmente bajo condiciones de pH elevado, dando lugar a la formación de especies monoméricas y oligoméricas de silicato y aluminato en solución. (Li et al., 2018)

Estas especies incluyen unidades estructurales simples como Si(OH)_4 , así como oligómeros resultantes de reacciones de condensación parcial, en las que comienzan a formarse enlaces Si-O-Si y Si-O-Al . Li et al. (2018) menciona que la coexistencia de estas especies genera un sistema químicamente dinámico, donde la polimerización y despolimerización ocurren de manera simultánea, dependiendo de las condiciones de síntesis, tales como pH, temperatura y concentración de reactivos.

A medida que progresa la reacción de acuerdo a lo reportado por Li et al. (2018), estas especies disueltas evolucionan hacia la formación de sistemas coloidales (soles), los cuales consisten en partículas nanométricas dispersas en el medio líquido. Posteriormente, mediante procesos de agregación y condensación, estos soles se transforman en geles silicoaluminosos, caracterizados por la formación de redes tridimensionales desordenadas. Desde el punto de vista estructural, estos geles están constituidos por unidades tetraédricas de SiO_4 y AlO_4 enlazadas entre sí, en las cuales se pueden identificar diferentes grados de condensación. En este contexto, las unidades tipo Q^3 ($\text{Si(OSi)}_3(\text{OH})$) y Q^4 (Si(OSi)_4) juegan un papel clave, ya que representan

estados intermedios en la formación de la red. Las unidades Q^3 contienen grupos silanol ($Si-OH$) que confieren alta reactividad y capacidad de interacción, mientras que las unidades Q^4 corresponden a estructuras completamente condensadas que aportan mayor estabilidad a la red. Cabe destacar que estos geles no son completamente homogéneos ni totalmente desordenados. Diversos estudios han demostrado que, incluso en materiales que aparentan ser amorfos mediante técnicas como la difracción de rayos X (DRX), existe un orden de corto alcance. Este orden se manifiesta en la presencia de unidades estructurales primarias o dominios proto-zeolíticos, los cuales pueden considerarse como precursores de las estructuras cristalinas finales. Adicionalmente, durante las etapas iniciales del proceso, no todas las fuentes de silicio se disuelven completamente, lo que da lugar a sistemas heterogéneos en los que coexisten fases sólidas, especies disueltas y estructuras coloidales. Esta heterogeneidad influye directamente en los mecanismos de nucleación y crecimiento cristalino.

De acuerdo a Li et al. (2018) la evolución del sistema desde una solución supersaturada hacia una red amorfa implica una transición progresiva que puede describirse mediante la secuencia: solución $\rightarrow$ sol coloidal $\rightarrow$ gel $\rightarrow$ red amorfa $\rightarrow$ fase cristalina. Sin embargo, la cristalización no siempre ocurre de manera completa, ya que factores como tiempos de síntesis insuficientes, temperaturas bajas o condiciones químicas no óptimas pueden detener el proceso en la etapa amorfa. En este sentido, las fases amorfas no deben considerarse simplemente como materiales desordenados, sino como sistemas estructuralmente complejos que contienen enlaces organizados ($Si-O-Si$, $Si-O-Al$), sitios reactivos y cavidades a escala nanométrica.

Los materiales amorfos se caracterizan por la ausencia de orden estructural a largo alcance, lo cual se refleja en patrones de difracción de rayos X con bandas anchas y sin picos definidos. No obstante, estos materiales pueden presentar cierto grado de orden de corto alcance, asociado a la formación de redes silicoaluminosas parcialmente organizadas y unidades estructurales precursoras de fases cristalinas. (Qian & Bogner, 2012)

Estas características les confieren propiedades funcionales relevantes, tales como alta área superficial, capacidad de adsorción y reactividad química, lo que las hace particularmente atractivas para aplicaciones como la encapsulación de compuestos bioactivos.

2.4.1 Acides superficial

El carácter ácido de los aluminosilicatos amorfos está directamente relacionado con la coordinación del aluminio dentro de la red estructural. En estos materiales, los sitios ácidos de tipo Brønsted se asocian principalmente con la presencia de puentes hidroxilo del tipo $\text{Si}-\text{OH}-\text{Al}$, los cuales son capaces de donar protones. Por otro lado, los sitios ácidos de tipo Lewis se originan a partir de especies de aluminio coordinativamente insaturadas, que actúan como aceptores de pares electrónicos (Z. Wang et al., 2016). La formación y distribución de estos sitios ácidos se ve favorecida por la interacción entre los átomos de aluminio y los grupos silanol ($\text{Si}-\text{OH}$) presentes en la superficie del material, lo que genera una alta heterogeneidad estructural y química. Esta heterogeneidad influye directamente en la reactividad del material, así como en su capacidad para interactuar con diferentes moléculas.

Z. Wang et al., 2016 menciona que la caracterización de la acidez superficial en estos sistemas puede llevarse a cabo mediante diversas técnicas experimentales, entre las que destacan la adsorción de moléculas sonda como el amoníaco, así como métodos espectroscópicos que permiten diferenciar entre sitios Brønsted y Lewis. Estas técnicas proporcionan información relevante sobre la naturaleza, cantidad y fuerza de los sitios ácidos presentes en el material.

Diversos estudios han demostrado que, aunque la acidez total de los aluminosilicatos amorfos puede ser menor en comparación con la de zeolitas completamente cristalinas, la mayor accesibilidad de sus sitios activos, derivada de su estructura porosa menos restringida, les confiere ventajas en procesos que involucran moléculas de mayor tamaño. En consecuencia, estos materiales resultan altamente competitivos en aplicaciones catalíticas donde la difusión y el acceso a los sitios activos son factores determinantes.

2.4.2 Propiedades superficiales y funcionales

A diferencia de los materiales cristalinos, los aluminosilicatos amorfos presentan una distribución heterogénea de sitios activos, lo que favorece una amplia gama de interacciones con especies químicas, incluyendo procesos de adsorción, intercambio iónico y anclaje de compuestos. Asimismo, factores como la relación Si/Al y la presencia de grupos funcionales superficiales influyen de manera significativa en la afinidad del material hacia diferentes tipos de moléculas. El estudio de la naturaleza de la superficie y de sus propiedades hidrofílicas o hidrofóbicas resulta esencial para comprender y optimizar el uso de estos materiales en aplicaciones específicas. (Gierada et al., 2019)

a. Naturaleza de la superficie

Los materiales amorfos presentan una superficie altamente heterogénea, caracterizada por la presencia de grupos silanol (Si-OH) reactivos, defectos estructurales y sitios de aluminio con diferentes entornos de coordinación. Estas características generan una distribución no uniforme de cargas y propiedades químicas, lo que influye directamente en su comportamiento superficial. La presencia de estos grupos funcionales y defectos estructurales confiere a los materiales una elevada reactividad, favoreciendo procesos de adsorción, interacción molecular y funcionalización. Asimismo, estos sitios pueden actuar como puntos de anclaje para especies metálicas y otros compuestos, lo que los convierte en materiales adecuados como soportes catalíticos.

b. Hidrofobicidad e hidrofiliidad

Las propiedades hidrofílicas o hidrofóbicas de los aluminosilicatos amorfos dependen principalmente de la relación Si/Al en su estructura. Materiales con mayor contenido de aluminio tienden a presentar un carácter más hidrofílico, debido a la mayor densidad de sitios polares, mientras que

aquellos con alto contenido de sílice muestran un comportamiento más hidrofóbico. Esta variabilidad en la naturaleza superficial permite adaptar estos materiales para aplicaciones específicas, como la adsorción selectiva de compuestos orgánicos en medios acuosos o la captura de especies iónicas, en función de las interacciones que se establezcan con la superficie del material.

1.6 Aplicaciones de la zeolita clinoptilolita

Se han reportado aplicaciones de la zeolita clinoptilolita y arcilla de montmorillonita como material híbrido, en cicatrización de heridas (Nanoderma), el cual es prometedor para el tratamiento de úlceras y heridas en pacientes con pie diabético debido a sus propiedades benéficas demostradas en la parte experimental, en el caso de las zeolitas ZSM5 Y LTA, las nanopartículas bloquearon sus porosidades (Hernandez et al., 2012).

En el campo de la salud, las zeolitas han despertado un interés particular debido a su potencial para ser utilizadas como vehículos de liberación controlada de fármacos (Simonetti & Brizuela, 2013), así como por su capacidad para proteger y estabilizar los compuestos bioactivos.

La zeolita tipo clinoptilolita han sido empleadas en contextos clínicos desempeñando roles diversos, como componentes de hemostáticos, como en el caso de la esponja de coagulación avanzada. Asimismo, han sido utilizadas en la formulación de fármacos gastroprotectores, como ocurre con Absorbatox® 2.4D, y han demostrado su eficacia como antioxidante, como es el caso de Klinobind® (Bacakova et al., 2018).

Otras de sus aplicaciones de la zeolita clinoptilolita han sido las siguientes: como acondicionador de suelo, componente en medicamento, talco para bebés y pies, crema corporal, mascarilla facial y corporal, pasta dental, jabón, toalla sanitaria, pañales, suplemento de

desintoxicación, así como en la fabricación de hormigón, mortero, lechada de pintura, yeso, asfalto, cerámica, revestimientos, adhesivos, cementos, entre otros (Bacakova et al., 2018).

El departamento de investigación en zeolitas del Instituto de Ciencias de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla ha desarrollado un talco a base de zeolita natural que ha demostrado ser efectivo en el tratamiento de úlceras y heridas en pacientes con pie diabético y regeneración de tejido, el talco se produce a partir de zeolita clinoptilolita y extracto de plantas (Hernández Espinosa et al., 2024).

Sin embargo, es importante resaltar que no se han encontrado reportes sobre la síntesis de clinoptilolita-heulandita a partir de precursores de origen natural. Por lo tanto, se propone un enfoque innovador explorando nuevas posibilidades en la síntesis de Clinoptilolita-heulandita destacando las condiciones óptimas de temperatura y tiempo, agregando como precursor residuos de aluminio post-consumo y arena silicoaluminosa natural mediante síntesis hidrotermal. Este proceso, puede tener implicaciones significativas en la economía y sostenibilidad de la producción de estos materiales de bajo costo y altamente demandados en diversas aplicaciones.

1.7 Ventajas frente a materiales cristalinos

Aunque las zeolitas cristalinas presentan una alta selectividad asociada a su estructura microporosa bien definida, los aluminosilicatos amorfos ofrecen características distintivas derivadas de su naturaleza estructural desordenada. En estos materiales, la ausencia de un orden a largo alcance genera una mayor accesibilidad a los sitios activos, lo que favorece la interacción con moléculas de mayor tamaño. La presencia de defectos estructurales y grupos funcionales, como los silanoles, confiere a estos materiales una elevada reactividad superficial, facilitando su funcionalización y su uso como soportes en diversos procesos. La heterogeneidad estructural característica de los sistemas amorfos también contribuye a una distribución amplia de sitios

activos, lo que puede resultar ventajoso en aplicaciones donde se requiere interacción con diferentes especies químicas. (Bonetto et al., 2019)

Los aluminosilicatos amorfos presentan ciertas limitaciones en comparación con materiales cristalinos. Entre ellas, destaca la menor selectividad estructural, derivada de la ausencia de poros uniformes, así como la posible variabilidad en sus propiedades fisicoquímicas en función de las condiciones de síntesis. No obstante, estas limitaciones pueden ser compensadas por su versatilidad y facilidad de modificación, lo que amplía su potencial en diversas aplicaciones

CAPITULO II. GRANADA

La granada (*Punica granatum* L.) es un árbol frutal (Figura 6), cultivado en Asia, países mediterráneos, Medio Oriente y Estados Unidos, (Yisimayili & Chao, 2022), pertenece a la familia Lythraceae, y tiene la capacidad de crecer en distintos tipos de clima. Esta fruta se divide en tres partes principales: Cáscara, Arilo (la parte jugosa y comestible que rodea la semilla) y Semilla. Cada una de estas partes contiene diferentes nutrimentos y compuestos benéficos para la salud, los cuales se detallan en la Tabla 4. (Mahdavi & JavadiVala, 2021), El jugo de granada se puede hacer exprimiendo toda la fruta o solo los arilos, y también contiene muchos de estos compuestos saludables.

Tabla 4. Nutrimentos y compuestos benéficos que se encuentran en cada parte de la granada

Parte de la granada	Nutrientes y compuestos presentes
Cáscara	Aunque no la comemos, tiene muchos nutrientes importantes, como minerales, carbohidratos y compuestos llamados fenoles, que son antioxidantes.
Arilos	Son las bolsitas rojas jugosas que sí comemos. Contienen azúcares naturales, ácidos como el cítrico y el ascórbico (vitamina C), pectina (un tipo de fibra) y otras sustancias beneficiosas como flavonoides y polifenoles, que también sirven como antioxidantes y protegen al cuerpo.
Semillas	Son las partecitas duras dentro de cada arilo. Tienen grasas buenas (como oleico y linoleico), además de proteínas, fibra, vitaminas, minerales y más polifenoles.

Adaptado de (Mahdavi & JavadiVala, 2021)

Aproximadamente el 30% de peso fresco del fruto corresponde a la cáscara, y la relación de pesos de la cáscara, arilos y semillas es 5:40:10 respectivamente, el jugo localizado en los arilos está compuesto por 85% de agua y el restante corresponde a azúcares, ácidos orgánicos pectinas, vitaminas y minerales. (Yisimayili & Chao, 2022).

Introducción de la granada en México

La granada fue introducida en México por misioneros españoles, y se cree que los primeros cultivos se adaptaron en el estado de Puebla, especialmente en el municipio de Tehuacán, donde existió una amplia zona productora. Actualmente, la granada se cultiva en diversas regiones del país con climas cálido, semicálido, semiseco y templado. Puede crecer incluso en jardines o casas y se asocia con diferentes tipos de vegetación, como selvas tropicales (caducifolias, subcaducifolias y perennifolias), matorrales xerófilos y bosques de encino, pino, espinosos y mesófilos de montaña (Rural, 2021).

El árbol

El árbol suele medir entre 3 y 7 m de altura, sus ramas son espinosas y hojas alargadas y brillantes que se caen en ciertas temporadas. Sus flores, de unos 3 cm de ancho y un color rojo intenso, tienen cinco pétalos y sépalos puntiagudos, con numerosos estambres. Dependiendo del lugar donde crezca, puede alcanzar hasta 8 metros de altura. En cada rama, suelen aparecer de dos a siete flores alrededor, Figura 6 (Hussain et al., 2021).



Figura 6. Fotografía del árbol de granado (*Punica granatum* L.) . Fuente (Salgado, 2024)

El fruto

El tamaño del fruto varía dependiendo de la variedad y de las condiciones de, tiene una cáscara dura y su interior está dividido en lóbulos llenos de semillas rodeadas de una pulpa jugosa, de color rojo anaranjado, ligeramente dulce y ácida.

Botánicamente se le denomina balausta, ya que es una baya pulposa entre 6 y 12 centímetros dividido en celdillas, es esférico y de piel gruesa, color rojo, rosado, amarillo o verde. Está dividida en lóbulos donde se encuentran los arilos, los cuales están recubiertos por una capa llamada sarcotesta. Los arilos son la porción comestible del fruto, dentro de estos se encuentra el jugo y la semilla. Estos arilos, generalmente son de color rojo, rosado o blanquecino (Tupa Barrantes, 2014). Es considerada una fruta con bajo contenido energético, contiene vitaminas y entre ellas se encuentra la vitamina C y vitaminas del grupo B; es rica en ácido cítrico, siendo este su sabor característico, además tiene un alto contenido en polifenoles (Fundación española de la nutrición, 2021).

2.1 Composición nutrimental y fitoquímica

La mayor parte de la actividad antioxidante se debe a la presencia de polifenoles tales como elagitaninos, catequinas y otros derivados del ácido gálico; en algunas partes no comestibles como las membranas y cáscaras también se pueden encontrar en gran abundancia antioxidantes (Holland & Bar-Ya'akov, 2014). La granada es una fruta con pocas calorías. Por cada 100 gramos de porción comestible aporta aproximadamente 34 kilocalorías (Kcal), lo que significa que es un alimento bajo en energía, tal como se muestra en la Tabla 5. Además, contiene fibra, carbohidratos, pequeñas cantidades de proteínas, así como diversas vitaminas y minerales.

Tabla 5. Contenido nutrimental de la granada

Granada	Por 100 g de porción comestible
Energía (Kcal)	34.0
Proteínas (g)	0.7
Lípidos totales (g)	0.1
Ácidos grasos monoinsaturados (g)	0.05
Ácidos grasos poliinsaturados (g)	0.06
Ácidos grasos saturados (g)	0.04
Colesterol (mg)	0.0
Hidratos de carbono (g)	7.5
Fibra (g)	0.2
Agua (g)	91.5
Ceniza (g)	0.6
Calcio (mg)	8.0
Hierro (mg)	0.6
Yodo (µg)	0.0
Magnesio (mg)	3.0
Zinc (mg)	0.3
Sodio (mg)	5.0
Potasio (mg)	275.0
Fósforo (mg)	15.0
Selenio (µg)	0.6
Tiaminas (mg)	0.02
Ribooflavina (mg)	0.02
Equivalentes niacina (mg)	0.3
Vitamina B6 (mg)	0.11
Folatos (µg)	0.0
Vitamina B12 (µg)	0.0
Vitamina C (mg)	5.7
Vitamina A: Eq. Retinol (µg)	3.5
Vitamina D (µg)	0.0
Vitamina E (mg)	0.0

Adaptado de (Flores Bazán, 2023)

2.4.3 Microencapsulación

Es un proceso que rodea partículas pequeñas con un recubrimiento, formando cápsulas que protegen su contenido. Este método se usa en la industria alimentaria y otros campos para encapsular ingredientes como sabores, y ofrece beneficios como la transformación de líquidos en sólidos, la protección de compuestos reactivos y la mejora de la estabilidad del material encapsulado. (Jyothi et al., 2012).

2.4.4 Microencapsulado de jugo de granada

Las granadas del Valle de Mezquital, Hidalgo, fueron recolectadas, lavadas y procesadas para obtener jugo, el cual se secó y se pulverizó. Para microencapsular el extracto, se emplearon recubrimientos de maltodextrina y goma arábica en una proporción 4:1, preparándose una solución de recubrimiento que se mezcló con el extracto y se homogeneizó. Luego, el homogeneizado fue secado por aspersión en un mini Spray-dryer a 110°C. El polvo microencapsulado resultante se produjo a escala industrial por Granding International, SA de CV, Jiutepec Morelos, México. (Estrada-Luna et al., 2019)

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En los últimos años, el desarrollo de nuevos materiales para la liberación controlada de principios activos ha adquirido gran relevancia en los campos de la medicina, la farmacología y la biotecnología. (Farías, 2010)

Dentro de estos materiales, las zeolitas han surgido como una opción versátil y eficiente como materiales para la liberación controlada de principios activos en los campos de la medicina, la farmacología y la biotecnología, debido a su capacidad de intercambiar iones y adsorber diversas moléculas. Lo que la convierte en un vehículo potencial para la administración controlada de microbicidas, antiácidos, antiglicemiantes y antibióticos. (Millán et al., 2008)

A pesar de las ventajas que ofrece la clinoptilolita como vehículo de principios activos, existe una investigación limitada sobre su efectividad en la liberación controlada de compuestos bioactivos específicos y su interacción con diferentes principios activos. Además, las técnicas de síntesis y modificación de la zeolita clinoptilolita para mejorar sus propiedades como portadora de fármacos o compuestos terapéuticos aún no han sido completamente optimizadas.

El problema central radica en la falta de conocimiento sobre los mecanismos de interacción entre la zeolita clinoptilolita sintética como vehículo de las propiedades bioactivas, así como la necesidad de mejorar los procesos de síntesis para optimizar su capacidad de adsorción y liberación controlada de estos compuestos bioactivos.

¿La zeolita clinoptilolita sintética podrá ser un vehículo de las propiedades bioactivas del jugo de granada y del micro encapsulado de jugo de granada?

JUSTIFICACIÓN

La zeolita clinoptilolita, tanto natural como sintética, ha demostrado ser eficaz en diversas aplicaciones en el campo de la biotecnología y medicina.

Diferentes estudios de investigación respaldan la acción anticancerígena, antioxidante y detoxificante de la zeolita. Kresimir (2000) mostró a la zeolita clinoptilolita como coadyuvante en terapia anticáncer y en el 2002 (Kresimir, 2002) demostró un efecto inmuno-estimulante de la clinoptilolita natural como posible mecanismo de su actividad antimetastásica; Kresimir y cols. (2004) demostraron un efecto antioxidante e inmunoestimulante de la zeolita natural, mientras que Grace y Kresimir (2004) demostraron las propiedades antivirales de la clinoptilolita y Tomasevic (2005) demostraron la aplicación médica para extraer plomo con la zeolita-clinoptilolita natural. Además, se han utilizado en hemostáticos y fármacos gastroprotectores, mostrando prometedoras aplicaciones en ingeniería de tejidos, recubrimientos anticorrosivos y bioactivos para implantes óseos. Estudios específicos han demostrado que promueven la adhesión, crecimiento y osteogénesis de células derivadas de huesos humanos.

Los componentes de la granada (*Punica granatum* L.) contienen compuestos bioactivos con efectos saludables en el organismo. Estos componentes van desde vitaminas, minerales, fibra compuestos únicos con propiedades antioxidantes. El alto contenido de antioxidantes le confieren una alta capacidad antioxidante lo cual podría proteger contra el estrés oxidativo. Sin embargo, también se ha demostrado ser antihipertensivo, y ayuda a mantener en valores normales el perfil lipídico. Además, se ha observado que podría mejorar la función cognitiva y se investiga su potencial anticancerígeno al inhibir el crecimiento de células cancerosas y promover la apoptosis.

Derivado de lo anterior es importante destacar el enfoque interdisciplinario de este trabajo ya que, al combinar principios de la ciencia de materiales y de salud, se abrirían nuevas perspectivas de colaboración entre diferentes campos científicos. Por tal motivo se buscó la colaboración con investigadores ciencias de la salud y ciencia de los materiales.

HIPÓTESIS

Hipótesis alterna H_1 :

La zeolita tipo clinoptilolita sintética, es un vehículo que cuenta con las propiedades físicas y químicas adecuadas para preservar las propiedades bioactivas del jugo y microencapsulado de granada.

Hipótesis nula H_0 :

La zeolita tipo clinoptilolita sintética, no es un vehículo que cuenta con las propiedades físicas y químicas adecuadas para preservar las propiedades bioactivas del jugo y microencapsulado de granada

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Obtener un compuesto de zeolita clinoptilolita sintética/ jugo y microencapsulado de jugo de granada mediante técnicas no destructivas para preservar las propiedades bioactivas de la granada.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Obtener $(Al-Si(OH)_n)$ a partir del procesamiento de residuos de aluminio post-consumo utilizando una disolución básica, con el fin de utilizarlo en la síntesis de zeolita clinoptilolita.
- 2) Disolver la arena silicoaluminosa natural con una solución de hidróxido de amonio para utilizarla como precursor de la sílice en la síntesis de zeolita clinoptilolita.
- 3) Mezclar en cantidades adecuadas los precursores calculando a partir de la fórmula general de la clinoptilolita $(Na_{0.43};K_{0.57})_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 10SiO_2$ para sintetizar por el método hidrotermal.
- 4) Caracterizar la zeolita clinoptilolita obtenida a partir de las técnicas de Difracción de rayos x (DRX), Microscopía electrónica de Barrido-Espectroscopia de energía dispersiva (MEB-EDS), Brunauer Emmet Teller (BET) para determinar las características físicas y morfológicas.
- 5) Analizar la zeolita clinoptilolita obtenida por medio de Análisis de tamaño de partícula. (ATP) para cuantificar la zeolita clinoptilolita sintética.

- 6) Analizar el jugo y microencapsulado de granada por método colorimétricos para determinar el contenido de antocianinas, flavonoides, fenoles totales y taninos antes y después de la adsorción en la zeolita.
- 7) Analizar el jugo y microencapsulado de granada por el método de ABTS⁺ y DPPH• para evaluar la capacidad antioxidante, antes y después de la adsorción en la zeolita.
- 8) Establecer el proceso de adsorción del jugo de granada en la zeolita clinoptilolita sintética mediante técnicas de activación térmica y sonicado, optimizando las condiciones para maximizar la interacción entre el material y los compuestos bioactivos.
- 9) Caracterizar las propiedades físicas, morfológicas y bioactivas de la zeolita clinoptilolita sintética utilizada como vehículo para el jugo y el microencapsulado de granada (*Púnica granatum* L.), empleando técnicas de caracterización como, MEB y el método ABTS⁺ y DPPH•.

MATERIALES Y MÉTODOS

1.1 Arena Natural

La Arena utilizada en este estudio fue proporcionada por Biosíntesis Orgánica S.A. de C.V. de Aguascalientes, Ags., Se procedió a utilizarla como precursor de la sílice en la síntesis de zeolita clinoptilolita.

2.1 Microencapsulación de jugo de granada roja

El microencapsulado utilizado en este estudio fue previamente elaborado por secado mediante técnica de aspersión de acuerdo a las condiciones reportadas por Estrada-Luna et al., 2019 (Estrada-Luna et al., 2019) por la empresa Graning International S.A. de C. V. ubicada en Jilotepec, Morelos, México. Una vez adquirido se procedió a realizar la parte experimental para evaluar la capacidad antioxidante y por métodos colorimétricos para determinar el contenido de antocianinas, flavonoides, fenoles totales.

3.1 Granada

Las granadas fueron proporcionadas por productores del Valle de Mezquital, Hidalgo México. Una vez proporcionadas se obtuvo el jugo de granada de las 4 variedades denominada como: “dura”, “papel”, “roja” y “chilcuautila”, se procedió a realizar la parte experimental para evaluar la capacidad antioxidante y por métodos colorimétricos para determinar el contenido de antocianinas, flavonoides, fenoles totales.

4.1 Difracción de rayos X (DRX)

El análisis se realizó a temperatura ambiente, con la finalidad de identificar las fases cristalinas presentes en las muestras. Los materiales se analizaron con un difractómetro marca INEL modelo Equinox 2000, la fuente de irradiación fue de Co $K\alpha_1$ ($\lambda=1.789010 \text{ \AA}$), con un detector curvo, aplicando un voltaje entre 10 y 15 kV. Los patrones de difracción de rayos X se identificaron con el programa Match.

5.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se empleó un equipo JEOL modelo IT 300, con el cual se obtuvieron imágenes de electrones secundarios que permitieron identificar la morfología correspondiente a los cristales reportados en literatura y en concordancia a los resultados arrojados en DRX.

6.1 Analizador laser de partículas LS 13 320

El método implica el análisis (deconvolución) de los patrones de luz dispersada que se producen cuando partículas de diferentes tamaños se exponen a un haz de luz en forma líquida, es capaz de suspender muestras en el rango de tamaño de 0.4 a 2000 μm .

Para la distribución de tamaño de partículas suspendidas.

7.1 Adsorción de N₂ a 77 K

Por el método Brunauer Emmet Teller-BET), las mediciones del área superficial específica del polvo obtenido, se realizaron con el equipo Quantachrome AsiQwin Instrumets Versión 4.0, utilizando el método BET ($\pm 5\%$ de error). Previo a la adsorción de nitrógeno, la muestra fue desgasificada mediante un flujo de argón a una temperatura de 200 °C durante 2 h.

8.1 ABTS⁺

El método descrito mide la actividad antioxidante de la gama de carotenoides, compuestos fenólicos y algunos antioxidantes plasmáticos, determinada por la decoloración del ABTS⁺, midiendo la reducción del catión radical como porcentaje de inhibición de la absorbancia en un espectrofotómetro BioTek Epoch a 734 nm. Los resultados se expresaron como porcentaje de atrapamiento y equivalentes de Trolox en mg/g de la muestra (TEAC mg/g), utilizando Trolox como estándar.

Preparación del reactivo ABTS⁺ (2,2'-azino-bis(3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico)):

En este experimento se hará una solución de 3.6 mg de ABTS⁺ en 1 ml de agua destilada, a partir de esta disolución se añade persulfato de potasio (0.6 mg) a la solución de ABTS⁺ para generar radicales libres (ABTS⁺). Posteriormente se deja la mezcla en reposo en la oscuridad a temperatura ambiente durante 24 horas para asegurar la producción completa de los radicales ABTS⁺.

Procedimiento:

Se diluye la solución de ABTS⁺ con etanol hasta alcanzar una absorbancia de 0.70 ± 0.02 a una longitud de onda de 734 nm.

Cálculo de actividad antioxidante:

Se usa un estándar antioxidante, se añade 1 ml Trolox en 10 ml de etanol para construir una curva de calibración, según se detalla en la tabla 10.

Tabla 6. Preparación de la Curva de ABTS⁺ a partir de una disolución concentrada.

Tubo	Concentración (µg/ml)	Etanol (µl)	Trolox (µl)
0	0	500	0
1	20	400	100
2	40	300	200
3	60	200	300
4	80	100	400
5	100	0	500

Se toman 50 µl de la curva y se añaden 450 µl de ABTS⁺ (triplicado), se deja reposar en oscuridad 5 minutos y se lee a una longitud de onda 734 nm.

Preparación del extracto de la muestra:

Para determinar la concentración de Trolox (TEAC), se añadieron 450 µl de la solución ABTS⁺ a 50 µl del extracto y se dejó reaccionar durante 5 min en oscuridad, tras lo cual se midió la absorbancia en un espectrofotómetro BioTek Epoch a 734 nm.

9.1 DPPH

El método de eliminación de radicales libres α,α -difeníl- β -picrilhidrazilo evalúa el potencial antioxidante de un compuesto, un extracto u otras fuentes biológicas. Este es el método más sencillo, en el que el compuesto o extracto en cuestión se mezcla con una solución de DPPH (2,2-difeníl-1-picrilhidrazil) y se registra la absorbancia tras un periodo definido (60 minutos), en oscuridad y a temperatura ambiente, Mide la absorbancia de la mezcla a 540 nm (BioTek

Epoch). Los resultados se expresaron como la capacidad antioxidante equivalente de Trolox en mg/g de la muestra (TEAC mg/g) utilizando una curva de calibración con Trolox como estándar.

Preparación del reactivo DPPH:

En este experimento se hará una disolución de DPPH al 0.0075% en etanol.

Cálculo de actividad antioxidante:

Se usa un estándar antioxidante, se añade 1 ml Trolox en 10 ml de etanol para construir una curva de calibración, según se detalla en la tabla 11.

Tabla 7. Preparación de la curva DPPH a partir de una disolución concentrada.

Tubo	Concentración (µg/ml)	Etanol (µl)	Trolox (µl)
0	0	500	0
1	20	400	100
2	40	300	200
3	60	200	300
4	80	100	400
5	100	0	500

Preparación del extracto de la muestra:

Se toman 450 µl de la solución de DPPH y se mezcla con 50 µL de la muestra. Posteriormente se incuba en oscuridad a temperatura ambiente durante 60 minutos, tras lo cual se midió la absorbancia en un espectrofotómetro BioTek Epoch a 540 nm.

10.1 Fenoles Totales

Para la determinación de fenoles totales (Método de Folin-Ciocalteu), se empleó el método espectrofotométrico descrito por Singleton (Singleton & Rossi, 1965). La mezcla de reacción se

dejó reaccionar en oscuridad durante 30 min y luego se midió a una longitud de onda de 765 nm con un lector de microplacas (BioTek Epoch). Los resultados se expresaron en mg de equivalentes de ácido gálico por gramo de muestra (mg EGA/g de muestra), utilizando ácido gálico como estándar (Sigma Chemical Co., St. Louis, MO, EE. UU.).

Preparación del reactivo:

En este experimento se hará una disolución 1:10 de Folin-Ciocalteu, se toma 1 ml del reactivo y se afora a 10 ml en agua destilada. Posteriormente se deja la mezcla en reposo en la oscuridad a temperatura ambiente.

Se usa ácido gálico como estándar para construir una curva de calibración. Se prepara a una concentración de 600 mg/ml, se pesan 3 mg de ácido gálico y se afora a 5 ml con agua desionizada. Se pesan 750 mg de carbonato de sodio al 7.5 % y se afora a 10 ml con agua desionizada.

Cálculo de fenoles totales:

Se construye una curva de calibración, según se detalla en la tabla 12.

Tabla 8. Preparación de la curva fenoles Totales a partir de una disolución concentrada.

Tubo	Concentración (µg/ml)	Agua (µl)	Ácido gálico (µl)
0	0	500	0
1	120	400	100
2	240	300	200
3	360	200	300
4	480	100	400
5	600	0	500

Se mezcla 50 µL de la muestra con 20 µL de carbonato de sodio, se añade 250 µL de reactivo Folin-Ciocalteu y agita bien. Se incuba la mezcla durante 30 minutos a temperatura ambiente en oscuridad y mide la absorbancia a 765 nm.

11.1 Flavonoides Totales (Método de Cloruro de Aluminio)

Para determinar el contenido de flavonoides, los extractos se dejaron reaccionar en etanol al 80% durante 1 hr en oscuridad. Posteriormente, se mezclaron 5 μL de la muestra con 150 μL de etanol al 80%, se añadió 10 μL AlCl_3 al 10% y 10 μL de acetato de potasio (1 M), en 280 μL de agua. Dejando reposar durante 30 minutos a temperatura ambiente en oscuridad. Finalmente, se midió la absorbancia en el rango de longitud de onda de 415 nm (instrumento BioTek Epoch).

Preparación del reactivo:

Se prepara una solución de cloruro de aluminio (AlCl_3) al 10% en agua. Posteriormente se prepara 1 mg/ml de quercitina en etanol. Por separado se pesa 0.49 g de acetato de potasio 1 M, y se afora a 5 ml con agua. Se miden de 5 ml de metanol, y se prepara etanol al 80%.

Cálculo de actividad antioxidante:

Se construye una curva de calibración, según se detalla en la tabla 13.

Tabla 9. Preparación de la curva flavonoides totales a partir de una disolución concentrada.

Tubo	Stock Quercitina (μL)	Metanol (μL)	Concentración (mg/ml)
0	0	500	0
1	25	475	0.05
2	50	450	0.1
3	100	400	0.2
4	150	350	0.3
5	200	300	0.4
6	250	250	0.5

Preparación del extracto de la muestra:

Se extrae la muestra en etanol al 80%, se deja reposar 1 h. Se añaden 5 μL de la muestra con 150 μL de etanol al 80%, con 10 μL AlCl_3 al 10% y 10 μL de acetato de potasio 1 M, en 280 μL de agua, se deja reposar durante 30 minutos a temperatura ambiente en oscuridad. Se midió la absorbancia en un espectrofotómetro BioTek Epoch a 415 nm.

12.1 Antocianinas Totales (Método del pH diferencial)

Para determinar el contenido de antocianinas, los extractos se dejaron reaccionar en etanol acidificado (0,2 %) durante 50 minutos en oscuridad. El contenido total de antocianinas monoméricas se cuantificó mediante el método de pH diferencial (109), para lo cual se prepararon soluciones de extracto a un pH de 1 (KCl 0,1 M) y un pH de 4.5 ($\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}_2$). Finalmente, se midió la absorbancia en el rango de longitud de onda de 515 a 700 nm (instrumento BioTek Epoch).

Preparación de soluciones:

Se mezclan 200 μL de HCl y se aforan a 100 ml con etanol, para tener etanol- HCl al 0.2%. Se prepara un Buffer de cloruro de potasio (Ph1, 0.025M), se añade 0.9318 g de cloruro de potasio en 45 ml de agua y se ajusta el PH a 1, luego aforar a 50 ml. Se prepara un Buffer de acetatos (Ph 4.5, 0.4M), se añade 1.640 g de acetato de sodio en 45 ml de agua, se ajusta el PH a 4.5 y se afora a 50 ml.

Procedimiento:

Se pesan 500 mg de la muestra y se extrae en 1.75 ml de etanol HCl al 0.2%, se deja reaccionar durante 50 minutos en oscuridad, luego completar a 4.5 ml con etanol- HCl . La extracción se mezcla con cada buffer (Ph 1 y 4.5) en una reacción 1:31. Se agita y se deja reposar por 50 minutos en oscuridad. Se midió la absorbancia en un espectrofotómetro BioTek Epoch a 510 y 700 nm.

13.1 Taninos Totales (Método de Vanilina)

Los extractos se prepararon en 50 μL de metanol, mediante agitación durante 1 h. Posteriormente, se mezclaron 125 μL de la muestra del extracto con 625 μL de la solución de vainillina al 0,5 % (Sigma Chemical Co., St. Louis, MO, EE. UU.). Se dejó reaccionar durante 45 min a temperatura ambiente y se midió la absorbancia a 500 nm (instrumento BioTek Epoch). Se realizó una curva de calibración utilizando (+) catequina (Sigma Chemical Co., St. Louis, MO, EE. UU.) como estándar y los resultados se expresaron como mg CATE/g (miligramos de equivalentes de catequina por gramo de muestra).

Preparación de soluciones:

Se prepara vainillina al 0.5% . Posteriormente metanol acidificado con ácido clorhídrico al 8%.

Cálculo de taninos:

Se usa catequina ($\frac{1 \text{ mg catequina}}{1 \text{ ml metanol}}$) como estándar para construir una curva de calibración, según se detalla en la tabla 14.

Tabla 10. Preparación de la curva de Taninos totales a partir de una disolución concentrada.

Tubo	Concentración (mg/ml)	Vainillina	Catequina	Metanol
		(μl)	(μl)	(μl)
0	0	625	0	125
1	0.08	625	10	115
2	0.16	625	20	105
3	0.2	625	25	100
4	0.4	625	50	75
5	0.8	625	100	25
6	1	625	125	0

Preparación del extracto de la muestra:

Se mezclan 125 μL de la muestra con 625 μL de la solución de vainillina y deja reaccionar por 45 minutos a temperatura ambiente y oscuridad. Se midió la absorbancia en un espectrofotómetro BioTek Epoch a 500 nm.

14.1 Diseño experimental de síntesis de zeolita

El desarrollo experimental del presente trabajo se dividió en 4 etapas

Etapas 1: Obtener $(\text{Al-Si}(\text{OH})_n)$ a partir del procesamiento de latas de aluminio.

Etapas 2: Disolver la arena silicoaluminosa natural con una solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) para utilizarla como precursor de la sílice.

Etapas 3: Mezclar en cantidades adecuadas los precursores calculando a partir de la formula general de la clinoptilolita $((\text{Na}_{0.43}; \text{K}_{0.57})_2 \text{O} \cdot \text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot 10 \text{SiO}_2$ para sintetizar mediante el método hidrotermal.

Etapas 4: Recuperar y caracterizar la estructura cristalina, el tamaño de partícula, la pureza de las zeolitas clinoptilolita, el área superficial sintética utilizando diversas técnicas de análisis (DRX, Difracción laser, EDS, BET).

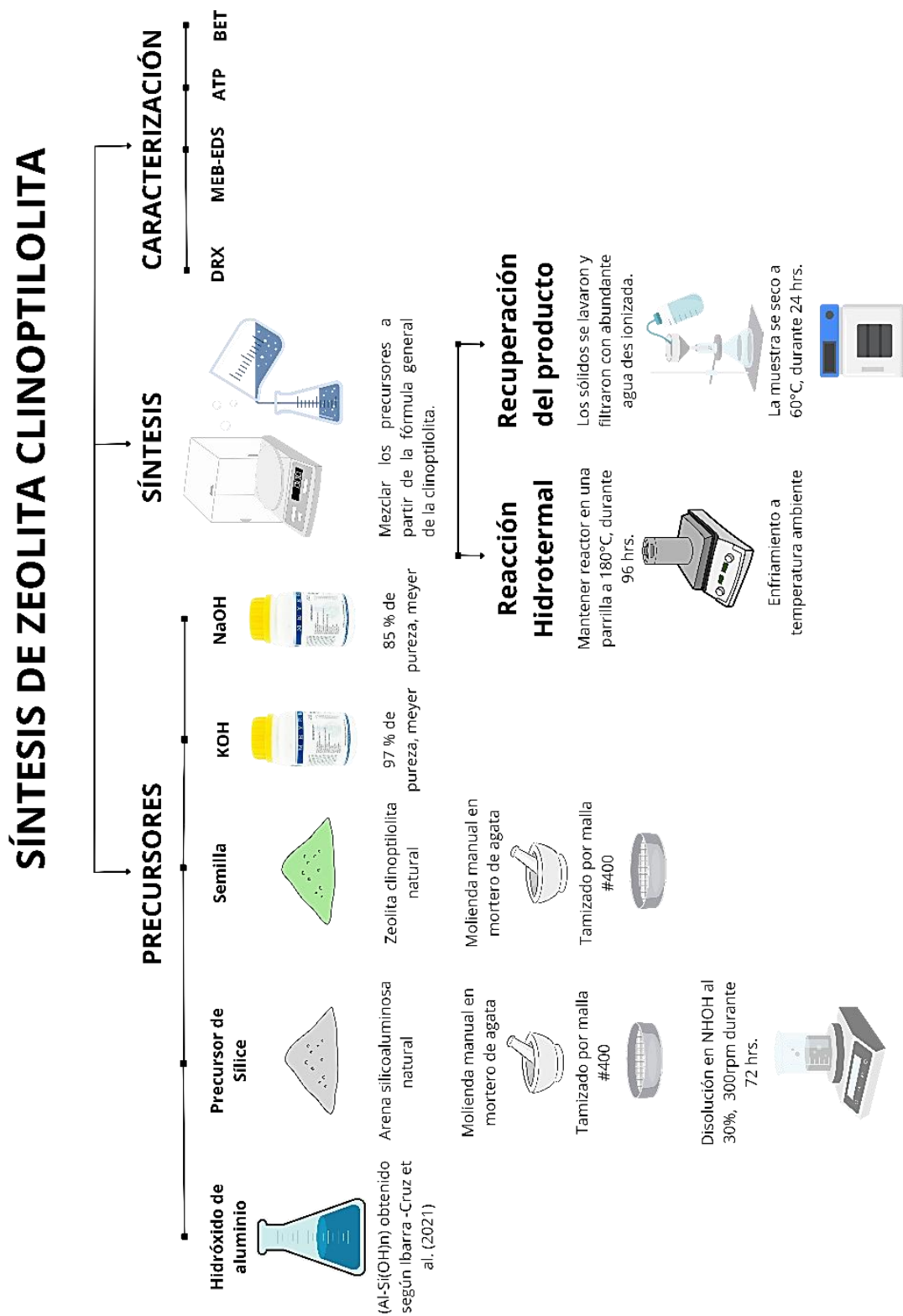


Figura 7. Esquema del proceso de síntesis de zeolita clinoptilolita heulandita.

RESULTADOS

CAPITULO I. ZEOLITA

Estudio de Microscopia electrónica de barrido de la arena silicoaluminosa natural

La arena silicoaluminosa natural, sin ningún tratamiento previo, fue analizada mediante microscopía electrónica de barrido Figura 8, lo que permitió observar la forma y el tamaño de las partículas. Esta técnica consistió en colocar una muestra representativa de la arena silicoaluminosa natural sobre un portamuestras, que posteriormente fue preparado para el análisis. Algunas partículas presentan una morfología angulosa e irregular, con tamaños menores a 270 μm . También se identificó un grupo de partículas con una morfología columnar de aproximadamente 520 μm , que exhiben fracturas posiblemente concoidales. Además, las superficies de algunas partículas muestran poros cuyo tamaño varía entre 6 y 24 μm .

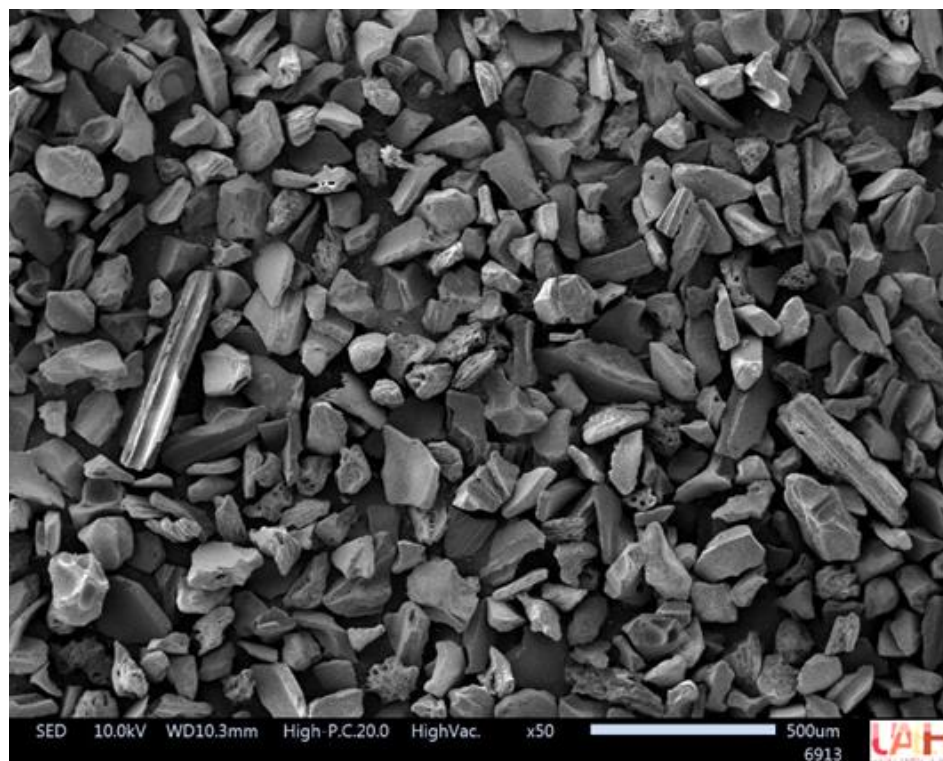


Figura 8. Micrografía de la arena silicoaluminosa natural.

Análisis por Difracción de Rayos X (DRX) de la arena silicoaluminosa natural

El difractograma presentado en la Figura 9 corresponde al análisis cristalográfico de la arena silicoaluminosa natural. Para realizar este estudio, se preparó una muestra representativa que se colocó sobre un portamuestras durante 15 minutos. Los resultados revelan que la muestra carece de una estructura cristalina bien definido, sin embargo, se identifican señales asociadas a fases cristalinas, las cuales fueron correlacionadas con las tarjetas PDF: 96-901-1495 (cuarzo), 96-901-0145 (cuarzo), 96-901-5792 (cuarzo), 96-901-3428 (cristobalita), pertenecientes a la sílice (SiO_2).

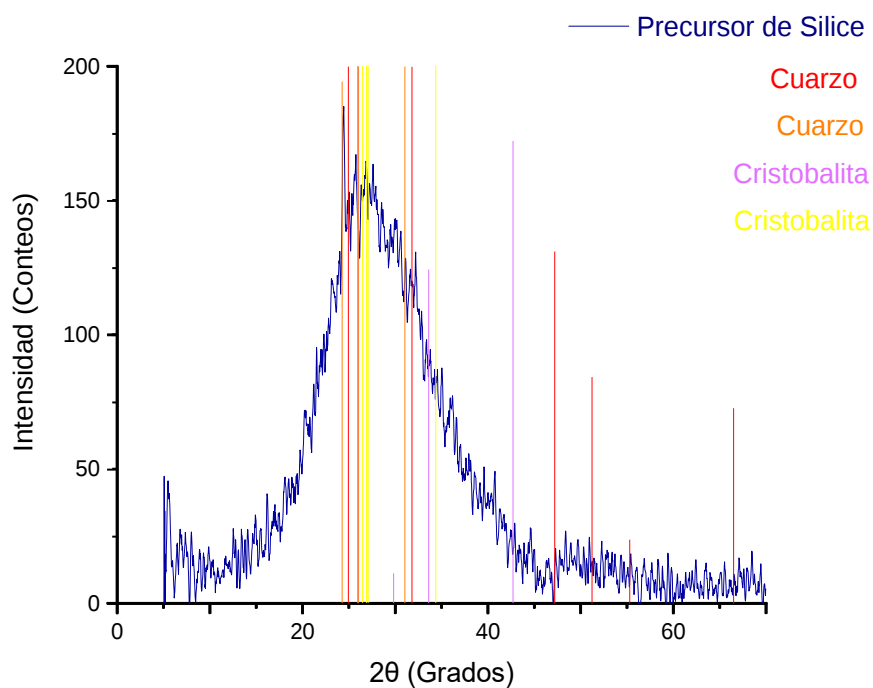


Figura 9. Difractograma de la arena silicoaluminosa natural, identificando fases cristalinas de cuarzo y cristobalita.

Análisis Químico por Fluorescencia de Rayos X FRX, de la arena silicoaluminosa natural.

En la Tabla 6 se presenta el análisis químico basado en óxidos de la arena silicoaluminosa natural estudiada, expresado como porcentaje en masa (% en masa). Los resultados muestran que el óxido predominante en la muestra es el (SiO_2), con un porcentaje de 73.73 %, seguido por el (Al_2O_3) que representa un 11,43% en masa.

En particular, el SiO_2 actúa como la fuente de silicio y el Al_2O_3 como fuente de aluminio, ambos elementos clave para la síntesis de la zeolita clinoptilolita-heulandita. Estos resultados indican que la arena silicoaluminosa natural contiene los precursores adecuados para llevar a cabo la síntesis de la zeolita clinoptilolita-heulandita.

Tabla 11. Análisis químico en base a óxidos (% en masa) de la arena silicoaluminosa natural estudiada.

Compuesto	SiO_2	Al_2O_3	K_2O	Na_2O	Fe_2O_3	CaO	TiO_2	MgO	MnO	P_2O_5	Pxc
% masa	73.67	11.429	4.847	3.573	1.896	0.311	0.084	0.043	0.038	0.01	4.1

Análisis químico de la arena estudiada, basado en óxidos, expresado como porcentaje en masa (% en masa).

Análisis de tamaño de partícula de la arena silicoaluminosa natural

Se tomó una muestra representativa de la arena silicoaluminosa natural, fue molida en un mortero de ágata y tamizada por malla #400 (38 μm), para disminuir su tamaño de partícula, fue analizado mediante difracción láser para determinar la distribución de tamaños de partícula, Figura 9. Esta técnica consistió en exponer a un haz de luz en forma líquida la muestra, en el Analizador laser de partículas LS 13 320 que posteriormente fue preparado para el análisis. Se pueden observar tres zonas de tamaños de partícula.

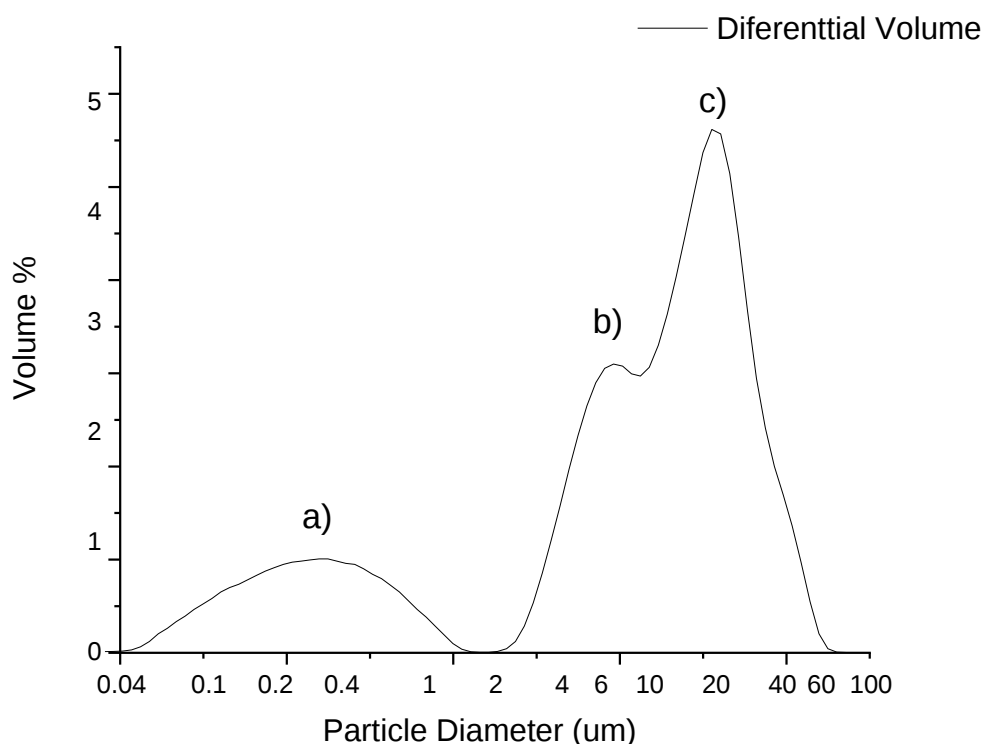


Figura 10. Gráfica de la distribución de la arena. Se observan 3 zonas. a) zona 1, $0.04 \geq 2.011$, b) zona 2, $2.011 \geq 10.78$, b) zona 3, $10.78 \geq 92.09 \mu\text{m}$

El área bajo la curva de cada una de las zonas fue calculada y los resultados se presentan en la Tabla 7, De acuerdo con el análisis, se encontró que el 0.511% de la muestra corresponde a un tamaño de partícula entre 0.04 y 2 μm , y el 99.48% de la muestra restante entre 15.688 y 134.050 μm . Por lo que se buscó otra alternativa para disminuir el tamaño de partícula.

Tabla 12. Área bajo la curva de la arena silicoaluminosa natural por zonas a), b) y c).

Zona	a)	b)	c)
Área bajo la curva	0.7715	15.688	134.050
% área bajo la curva	0.511%	10.392%	89.096%

La tabla muestra la distribución del área bajo la curva correspondiente a las tres zonas presentes en la Figura 10. Estos valores reflejan la proporción relativa del tamaño de partícula en cada fracción, a) fracción

finas con un 0.511%, b) fracción media, con un 10.392% del área bajo la curva y c) fracción gruesa, concentra la mayor parte del material con un 89.096 %.

Se tomó una muestra representativa de la arena silicoaluminosa natural (60 g), fue molida en un mortero de ágata y tamizada por malla #400, (38 μm), para disminuir su tamaño de partícula, después la muestra recuperada fue pasada por un ciclón con entrada tangencial se obtuvieron partículas de tamaño fino entre 0.04 y 10 μm (33.3% del total de la muestra), Figura 11, y tamaño de partícula gruesos entre 0.04 $\geq$ 3.8, y 4.24, $\geq$ 92.09 μm (66.7% del total de la muestra), Figura 12.

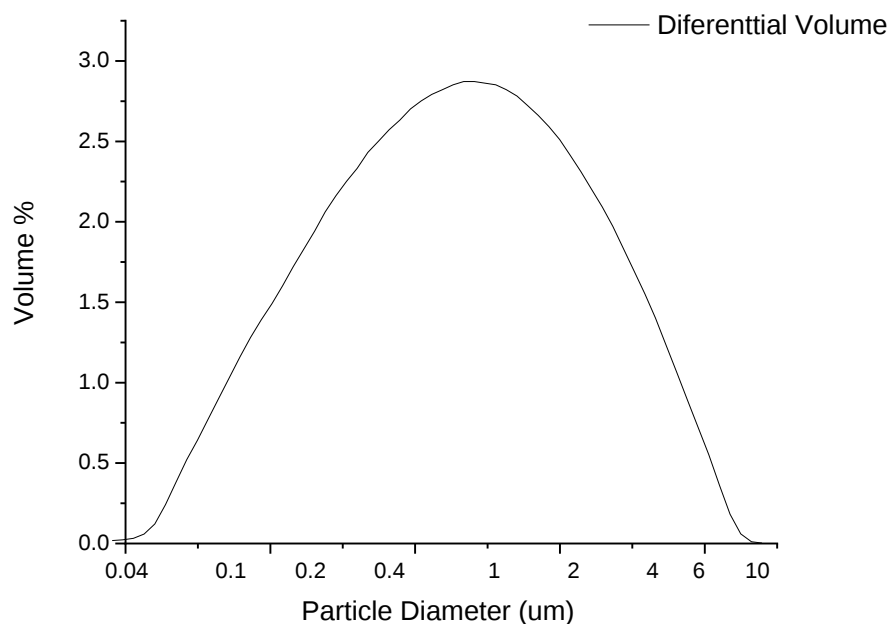


Figura 11. Gráfica de la distribución de la arena fina separada con ciclón de entrada tangencial. se observan 1 zona 0.04 $\geq$ 10 μm , correspondiente al 33.3% de la muestra total.

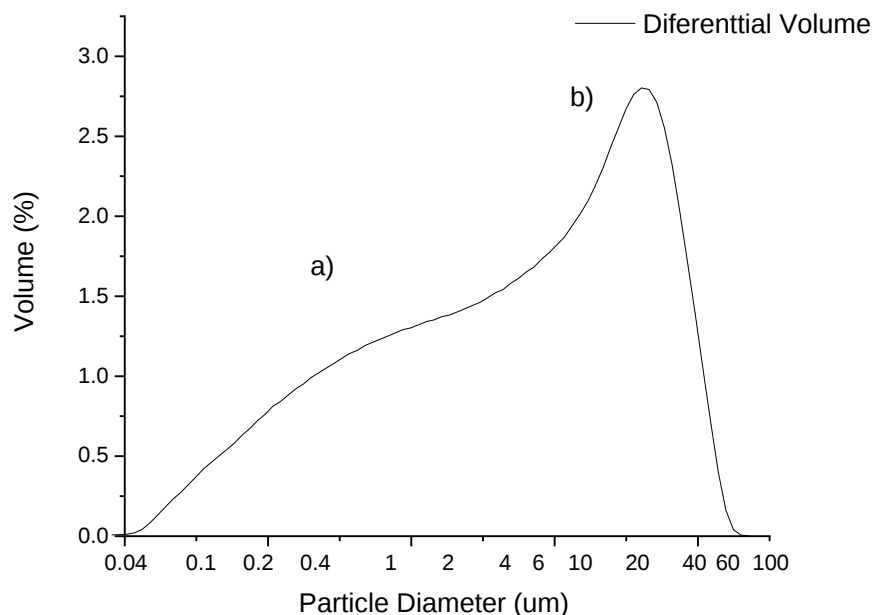


Figura 12. Grafica de la distribución de la arena gruesa separada con ciclón de entrada tangencial. Se observan 2 zonas. a) Zona 1, $0.04 \geq 3.8$, b) Zona b, $4.24, \geq 92.09 \mu\text{m}$, correspondiente al 66.7% de la muestra total.

Ambas muestras fueron analizadas mediante difracción láser para determinar la distribución de tamaños de partícula. Esta técnica consistió en exponer a un haz de luz en forma líquida la muestra, en el Analizador laser de partículas LS 13 320 que posteriormente fue preparado para el análisis. Posteriormente se usó una solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) para disolver la arena fina y ser utilizarla como precursor de la sílice en la síntesis de zeolita.

Caracterización por Difracción de Rayos X (DRX) del polvo obtenido sintetizado

En el patrón de difracción del polvo obtenido se muestra en la Figura 13, la forma del difractograma es muy similar al de la arena silicoaluminosa natural, Figura 9. Para realizar este estudio, se preparó una muestra representativa que se colocó sobre un portamuestras durante 15 minutos, Los resultados revelan picos anchos que se atribuye a la arena silicoaluminosa

natural que no se disolvió, esta falta de disolución impidió que la sílice contenida en la muestra se incorporara adecuadamente en la formación de cristales de clinoptilolita-heulandita. Se identificaron las siguientes fases: clinoptilolita-Ca $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{OAl}_6)\text{O}_{72} \cdot 20\text{H}_2\text{O}$, clinoptilolita-Na $\text{Na}_6(\text{Si}_3\text{OAl}_6)\text{O}_{72} \cdot 20\text{H}_2\text{O}$, heulandita $(\text{Na,Ca})_2 - 3\text{Al}_3(\text{Al,Si})_2\text{Si}_{13}\text{O}_{36} \cdot 120\text{H}_2\text{O}$. Las fases fueron identificadas con las tarjetas PDF: 96-900-1275, 96-900-1395, 96-900-2184 y respectivamente.

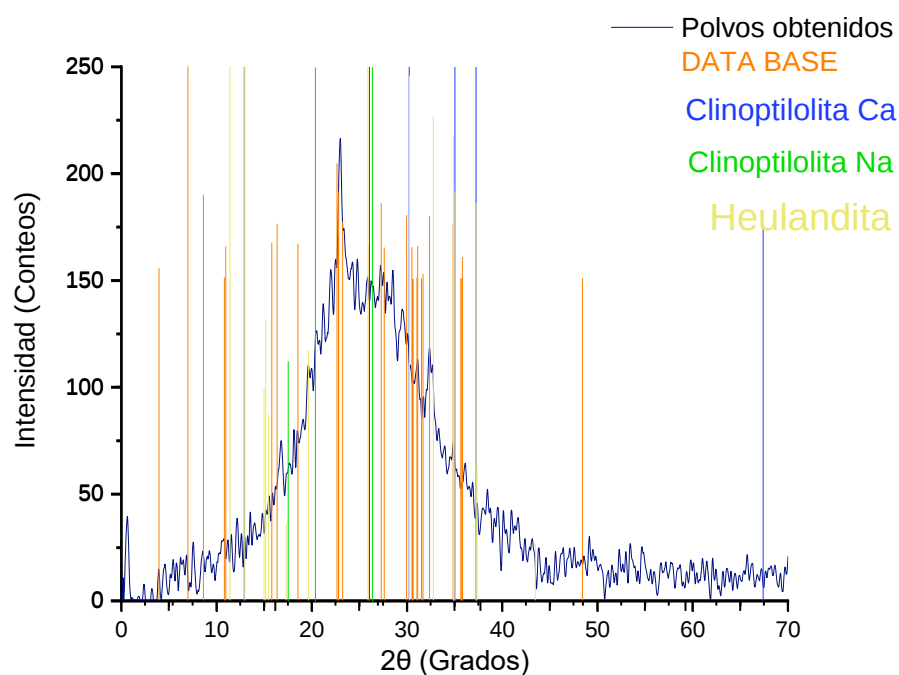


Figura 13. Difractograma de las fases cristalinas presentes en el polvo obtenido de clinoptilolita-heulandita

Estudio de microscopía electrónica de Barrido-Espectroscopia de energía dispersiva (MEB-EDS.) del polvo obtenido

Los polvos de zeolita clinoptilolita-heulandita fueron analizados mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS), como

se muestra en la Figura 14., en el análisis, se observan dos grupos distintos de partículas. El primer grupo, Figura 15, presenta cristales con morfología laminar-euhédrica, aunque también predominan formas subhedrales y anhedrales, simetría monoclinica, característica de la zeolita clinoptilolita, similar a las reportadas por (Montes-Luna et al., 2015), (Silva et al., 2000) mediante el análisis químico puntual, Figura 17, tabla 8, de los cristales y de la muestra en general, se estimó un valor promedio de la relación $\text{Si/Al} = 5.7$, lo que confirma la presencia de zeolita clinoptilolita, según lo reportado por (Guzmán et al., 2020). El tamaño de los cristales varió entre $0,78 \mu\text{m}$ y $3,08 \mu\text{m}$. En el segundo grupo de partículas, Figura 16, se observan partículas amorfas con tamaños que van desde $7,5 \mu\text{m}$ hasta $38,3 \mu\text{m}$. Estas partículas se atribuyen a aquellas que no reaccionaron completamente durante el proceso de síntesis.

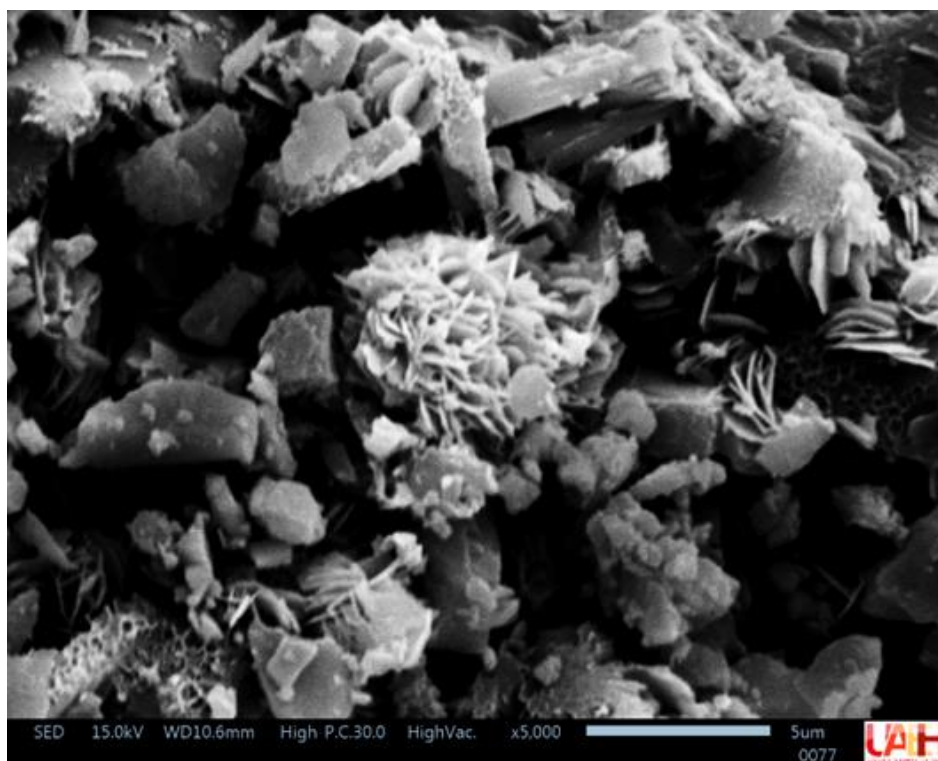


Figura 14. Las partículas se clasificaron en dos grupos principales: el primer grupo exhibe una morfología característica de la zeolita clinoptilolita-heulandita (Figura 12), mientras que en el segundo grupo se identifican partículas con una estructura amorfa (Figura 13).

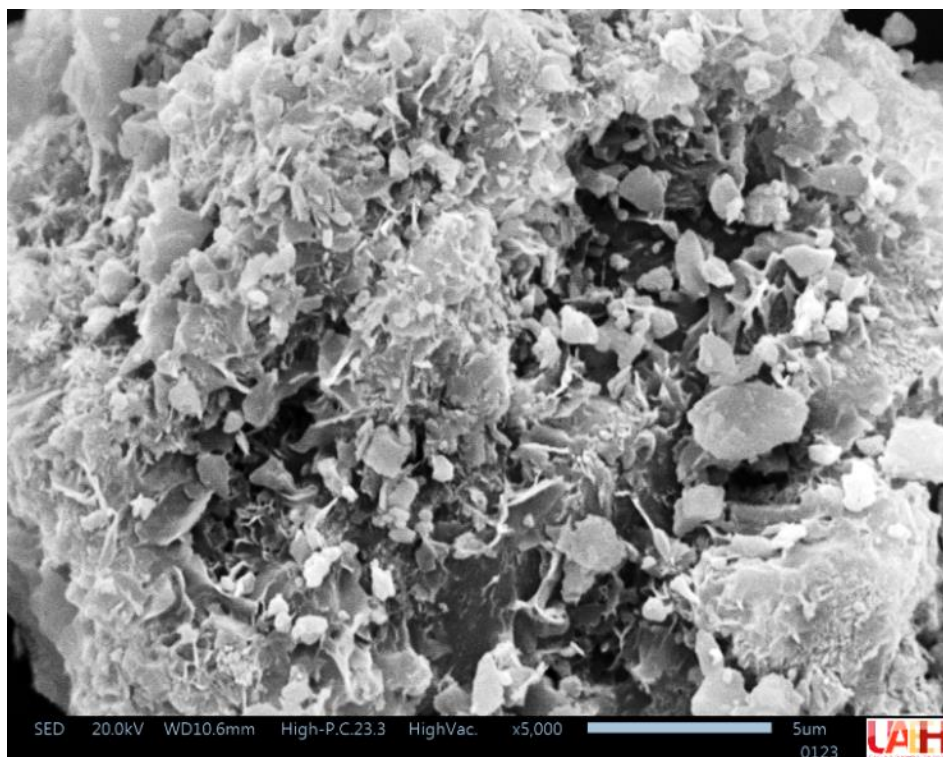


Figura 15. Grupo con una morfología característica de la zeolita clinoptilolita-heulandita.

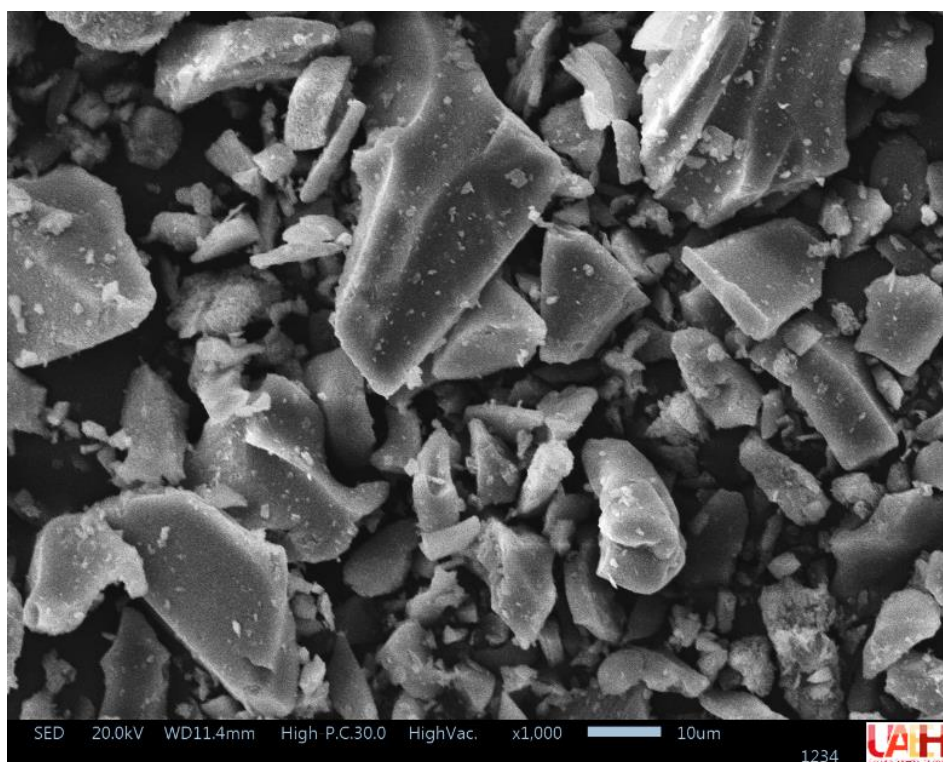


Figura 16. Grupo con partículas amorfas presentes en el material en polvo obtenido de clinoptilolita-heulandita.

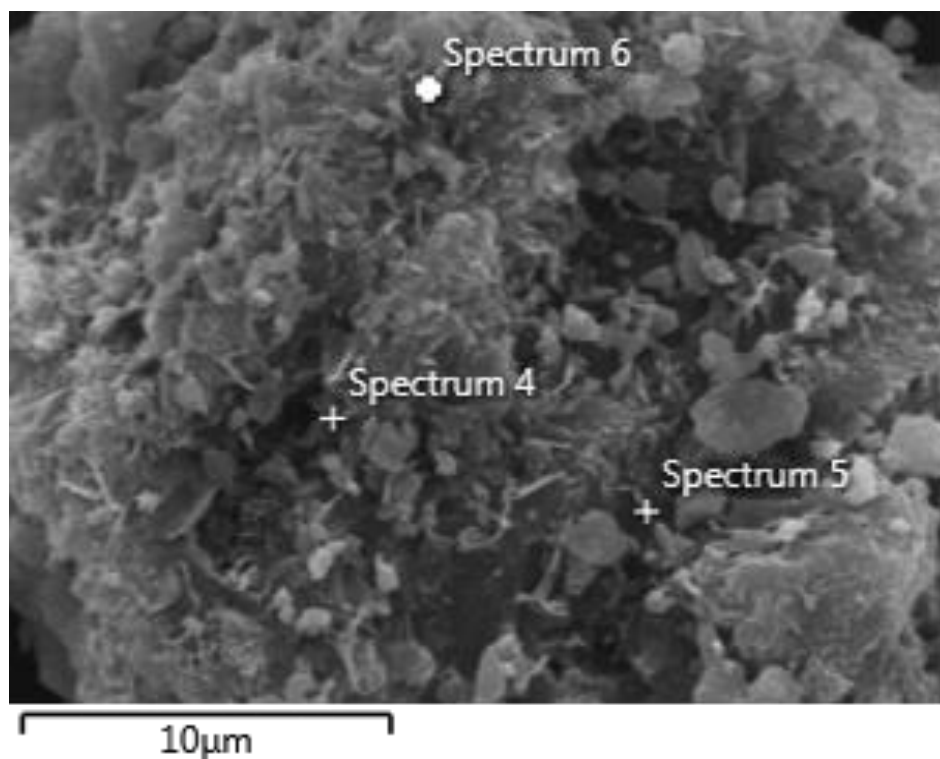


Figura 17. Análisis EDS puntual realizado en los cristales y en la muestra general del grupo 1, que presenta una morfología característica de la zeolita clinoptilolita-heulandita.

Tabla 13. Análisis químico basado en óxidos (% en masa) del polvo obtenido, comparado con los valores correspondientes de una zeolita natural.

	Spectrum4	Spectrum5	Spectrum6	Zeolita natural
Elemento	% en masa	% en masa	% en masa	% en masa
O₂	54.8	46.13	46.62	53.83
Na₂O	1.25	1.45	0.63	0.57
Al₂O₃	6.36	7.14	7.09	6.82
SiO₂	36.12	42.14	40.07	35.32
K₂O	1.47	3.14	5.59	1.01
Relación Si/Al	5.68	5.90	5.65	5.19

La tabla presenta los resultados del análisis químico de los óxidos principales en el polvo sintetizado, en comparación con una zeolita natural. Se destacan las similitudes y diferencias en la composición química, especialmente en la relación Si/Al, que es determinante para identificar el tipo de zeolita. El valor promedio de la relación Si/Al = 5.7 confirma la presencia de zeolita clinoptilolita, diferenciándola de la zeolita heulandita.

Análisis de tamaño de partícula del polvo obtenido.

El polvo sintetizado fue analizado mediante difracción láser para determinar la distribución de tamaños de partícula. En la Figura 18 se pueden observar tres zonas de tamaños de partícula: a) zona 1, con un tamaño de $0.04 \geq 2.011$, b) zona 2, con un tamaño de $2.011 \geq 12.99$, b) zona 3, con un tamaño $12.99 \geq 36.24 \mu\text{m}$.

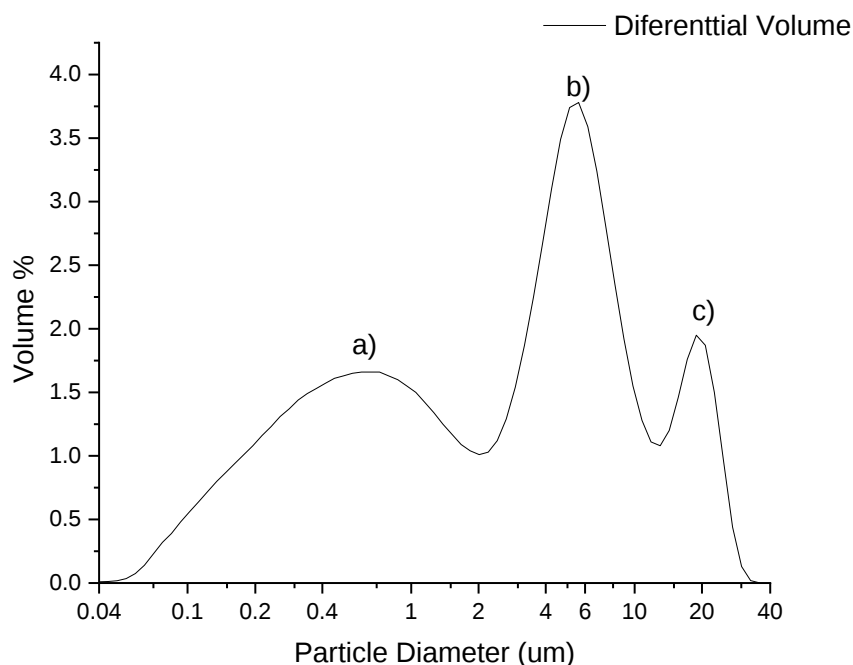


Figura 18. Gráfica de la distribución del tamaño de partículas del polvo obtenido después del tratamiento hidrotérmico, diferenciada en tres zonas: a) zona 1, $0.04 \geq 2.011$, b) zona 2, $2.011 \geq 12.99$, b) zona 3, $12.99 \geq 36.24 \mu\text{m}$, Esta representación permite visualizar las proporciones relativas de partículas en cada rango de tamaño, destacando la heterogeneidad del material sintetizado.

El área bajo la curva de cada una de las zonas fue calculada y los resultados se presentan en la Tabla 6, De acuerdo con el análisis, se encontró que el 5.4195% de la muestra corresponde a la fase de clinoptilolita, en concordancia con la relación Si/Al Este hallazgo también está respaldado por el difractograma mostrado en la Figura 9, donde se observa que el ancho de los

picos se atribuye a la arena silicoaluminosa natural que no se disolvió completamente. Esto impidió que se liberara la cantidad necesaria de sílice para la formación de cristales de zeolita clinoptilolita-heulandita.

Tabla 14. El cálculo del área bajo la curva de la distribución del polvo obtenido después del tratamiento hidrotermal para las zonas definidas: a), b) y c).

Zona	a)	b)	c)
Área bajo la curva	2.59627	24.0307	21.27969
% área bajo la curva	5.4195%	50.1615%	44.4196%

La tabla muestra la distribución del área bajo la curva correspondiente a las tres zonas presentes en la Figura 15. Estos valores reflejan la proporción relativa del tamaño de partícula en cada fracción, a) fracción fina con un 5,42%, b) fracción media, concentra la mayor parte del material, con un 50.16% del área bajo la curva y c) fracción gruesa con un 44.42 %. Esta información es crucial para entender la eficiencia del proceso de síntesis y la calidad del material obtenido.

Análisis de adsorción de N₂ a 77 K

El estudio determinó un área superficial de 3.443 m²/g para el polvo obtenido, Este valor es consistente con la composición de los polvos y coincide con la composición típica de la zeolita clinoptilolita-heulandita, especialmente en cuanto a los principales componentes SiO₂ y Al₂O₃, Además, se corroboró la presencia de otras fases menores mediante los análisis de DRX y MEB. La isoterma de adsorción, mostrada en la Figura 19, ilustra el volumen de gas nitrógeno adsorbido por cada gramo de zeolita (cm³/g) a condiciones estándar de presión y temperatura (0°C y 1.05 Pa), en función. de la presión relativa de equilibrio (p/p_0), donde $p_0 \approx 1$ atm es la presión de saturación del nitrógeno a 77.35 K.

El análisis de adsorción de N₂ por el método Brunauer Emmet Teller-BET del polvo obtenido reveló una isoterma de tipo IV, con un bucle de histéresis H3, de acuerdo con la clasificación de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC).

También se observa la presencia de un fenómeno de histéresis en un estado parcialmente estable y reversible, el cual surge debido a la falta de coincidencia entre las curvas de adsorción y desorción. Este comportamiento provoca la pérdida del carácter cíclico típico de la histéresis, que generalmente ocurre cuando la cantidad adsorbida no alcanza el mismo nivel durante los procesos de adsorción y desorción a una presión de equilibrio dada. Este fenómeno se atribuye a la presencia de diversos tipos de polvos o agregados, como arcillas. o feldespatos, presentes en la muestra.

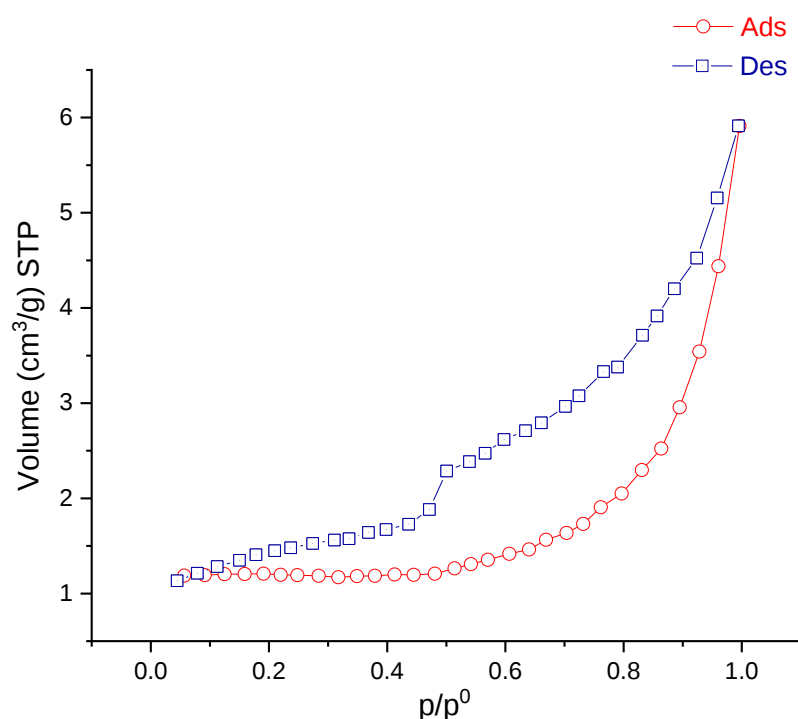


Figura 19. Isotherma de adsorción-desorción de los polvos obtenidos de zeolita clinoptilolita.

En una isoterma de adsorción-desorción, la condensación capilar se manifiesta como un bucle de histéresis, es decir, la diferencia entre las curvas de adsorción y desorción. Este comportamiento se debe a que el líquido (N_2 condensado) se retiene dentro de los poros debido a las fuerzas capilares y no se evapora inmediatamente cuando la presión del gas disminuye.

CAPITULO II. GRANDA

15.1 Diseño experimental propiedades antioxidantes

El desarrollo experimental del presente trabajo se dividió en:

Etapas 1: Obtener jugo de granada de las 4 variedades, Dura, Papel, Roja y Chicuahutla.

Etapas 2: Extraer el microencapsulado de jugo de granada.

Etapas 3: Preparar los reactivos a utilizar en cada técnica de: ABTS⁺, DPPH•, fenoles, flavonoides, antocianinas y taninos.

Capacidad Antioxidante

La Tabla 15 presenta los resultados de la capacidad antioxidante del jugo de distintas variedades de granada, evaluados mediante las técnicas ABTS⁺ y DPPH•. Los datos revelan diferencias significativas entre ambos métodos, observándose que la técnica ABTS⁺ reportó consistentemente valores mayores en comparación con DPPH•. Además, se analizan 4 variedades de granada y microencapsulado disuelto en etanol y agua (M.E. Etanol/agua), destacando variaciones en los niveles antioxidantes, lo que sugiere diferencias en la concentración y actividad de los compuestos bioactivos entre las variedades analizadas.

Tabla 15. Capacidad antioxidante del jugo de diferentes variedades de granada y su microencapsulado.

Variedad	Actividad Antioxidante	
	DPPH•	ABTS+
	mg TEAC/g	
Dura	6.4253 ± 0.6495	12.76 ± 1.10
Papel	8.2572 ± 0.8739	15.68 ± 1.37
Chicuahutla	7.3327 ± 0.4575	13.10 ± 1.69
Roja	7.6815 ± 0.3691	14.64 ± 2.28
M.E. Etanol/Agua	3.9517 ± 0.5607	7.45 ± 0.34

Los resultados de ABTS+ y DPPH• se expresan como actividad antioxidante equivalente de Trolox (TEAC). Se presenta el promedio $\pm$ desviación estándar de tres réplicas.

Contenido total de fenoles, flavonoides, taninos y antocianinas

La tabla 16 muestra presenta diferencias significativas en el contenido de compuestos bioactivos entra cada variedad de granada, lo que sugiere que algunas podrían ser más adecuadas para aplicaciones específicas, según el compuesto de interés. La variedad chilcuautila se destaca como una opción que muestra niveles elevados y consistentes en: Fenoles, Flavonoides, Taninos y Antocianinas. Por otro lado, el extracto microencapsulado disuelto en etanol y agua presenta un rendimiento más limitado, aunque podría ser útil en aplicaciones que requieran una extracción más controlada o compuestos de menor concentración.

Tabla 16. Contenido total de Fenoles, Flavonoides, Taninos y Antocianinas en variedad de granada y microencapsulado disuelto en etanol y agua

Variedad	Fenoles (mg GAE/g)	Flavonoides (mg QT/g)	Taninos (mg CATE/g)	Antocianinas (mg C-3- G/100g)
Dura	1.1260 $\pm$ 0.0416	0.5347 $\pm$ 0.0214	0.5107 $\pm$ 0.0379	1.09 $\pm$ 0.17
Papel	1.4982 $\pm$ 0.0409	0.5065 $\pm$ 0.0205	0.4876 $\pm$ 0.0568	1.16 $\pm$ 0.12
Chilcuautila	1.0634 $\pm$ 0.0272	0.5598 $\pm$ 0.0484	0.7082 $\pm$ 0.1399	1.01 $\pm$ 0.15
Roja	1.0438 $\pm$ 0.0363	0.5347 $\pm$ 0.0650	0.7894 $\pm$ 0.0502	0.69 $\pm$ 0.53
M.E. Etanol/Agua	1.2855 $\pm$ 0.0062	0.2239 $\pm$ 0.0085	0.4411 $\pm$ 0.0379	0.13 $\pm$ 0.05

Los fenoles totales se expresan en equivalentes de ácido gálico (GAE), los flavonoides en equivalentes de quercitina (QT), los taninos en equivalentes de catequina (CATE), las antocianinas en cianidina-3-glucósido (C-3-G). Se reporta la media de la desviación estándar de tres réplicas independientes.

CAPITULO III. COMPOSITO

El composito de zeolita clinoptilolita con jugo de granada fue sintetizado mediante un proceso que incluyó la activación térmica. En este procedimiento, la zeolita clinoptilolita fue calentada a 180°C , mientras que el jugo de granada, previamente enfriado a 10°C , fue mezclado de forma inmediata con la zeolita activada. Posteriormente, la mezcla fue sometida a un secado controlado a una temperatura de 30°C para garantizar la estabilidad del composito.

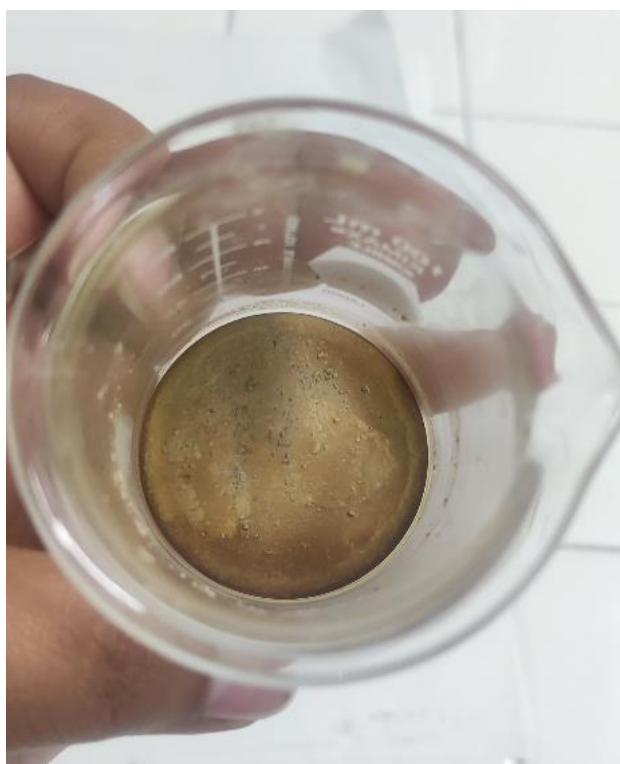


Figura 20. Composito de zeolita clinoptilolita sintética con jugo de granada de la variedad chilcuautla.

En la Figura 20 se muestra el composito después de ser sometido a secado, esa muestra fue recuperada para analizar la capacidad antioxidante mediante los métodos ABTS+ y DPPH•,

los cuales determinan la capacidad del material para neutralizar radicales libres. La tabla 17 presenta los resultados en donde revelaron que, aunque la incorporación del jugo de granada a la zeolita reduce la capacidad antioxidante en comparación con los resultados de la tabla 15, el composito elaborado con Zeolita y jugo de la variedad chilcuautila conserva mejores niveles antioxidantes en comparación con el composito elaborado con la mezcla de zeolita y microencapsulado disuelto en etanol y agua.

Los ensayos confirmaron que el método de síntesis favoreció una adsorción eficiente de los compuestos bioactivos del jugo de granada sobre la superficie de la zeolita, lo que permitió obtener un composito con propiedades antioxidantes destacadas, que podrían mejorar si se utiliza una técnica que no incluya activación térmica. Estos hallazgos resaltan el potencial del composito como un material funcional con aplicaciones en sectores como la industria alimentaria, farmacéutica y ambiental.

Capacidad antioxidante

Tabla 17. Capacidad antioxidante del composito de Zeolita clinoptilolita con jugo de la variedad Chilcuautila y con microencapsulado de jugo de granada.

Composito	Actividad Antioxidante	
	DPPH•	ABTS+
	mg TEAC/g	
Zeolita Chilcuautila	0.2565 ± 0.0156	0.2843 ± 0.0078
Zeolita M.E. Etanol/Agua	0.0556 ± 0.0469	0.0503 ± 0.0165

Los resultados de ABTS+ y DPPH• se expresan como actividad antioxidante equivalente de Trolox (TEAC). Se presenta el promedio ± desviación estándar de tres réplicas.

Estudio de microscopía electrónica de Barrido-Espectroscopia de energía dispersiva (MEB-EDS.) del composito obtenido

Los polvos obtenidos del composito de zeolita clinoptilolita y jugo de granada, Figura 20, fueron analizados mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), como se muestra en la Figura 21, en el análisis, se observa interacción entre la zeolita clinoptilolita y el jugo de granada, basada en el fenómeno de adsorción, donde los compuestos bioactivos presentes en el jugo, como Fenoles, Flavonoides, Taninos y Antocianinas, se fijan en la superficie de la zeolita debido a su estructura microporosa y alta área superficial. La clinoptilolita es una zeolita con una red tridimensional de canales y cavidades formada por átomos de (Si^{4+}) y (Al^{3+}), lo que genera un material con una alta capacidad de adsorción.

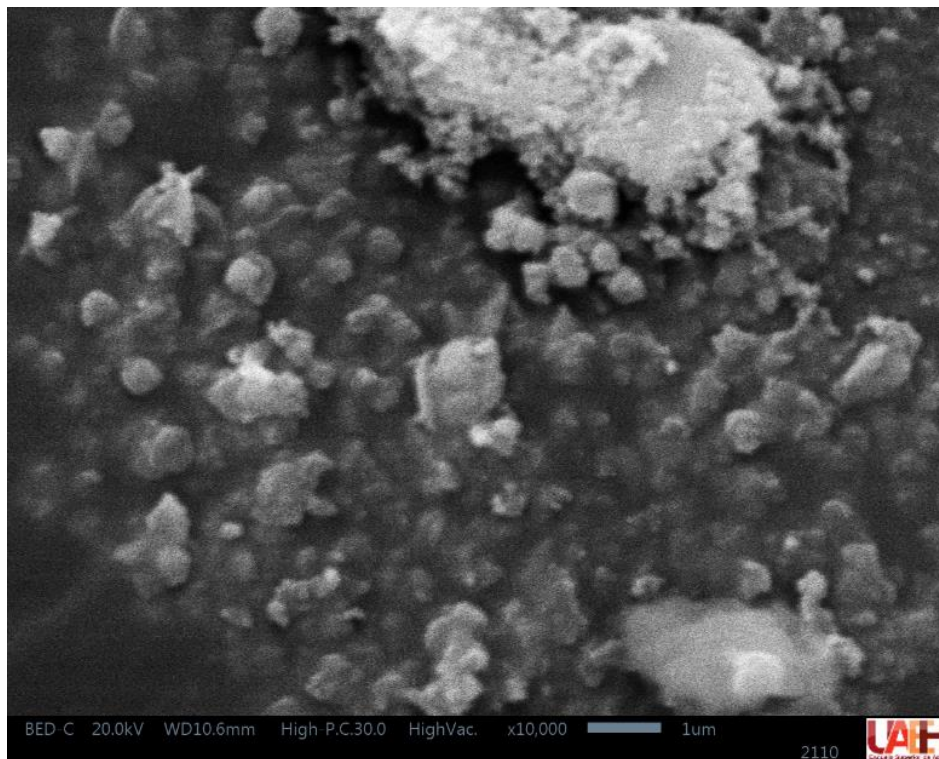


Figura 21. Composito zeolita clinoptilolita sintética con jugo de granada.

La Figura 21 corresponde a una muestra del composito de zeolita clinoptilolita sintética mezclada con jugo de granada de la variedad Chicuahutla. La micrografía revela una distribución heterogénea de partículas, donde se distinguen cristales de zeolita con morfología que aparenta ser más amorfa y densa.

En la parte superior de la imagen se observa una aglomeración de material más compacto, que podría corresponder a residuos orgánicos provenientes del jugo de granada, posiblemente compuestos polifenólicos o azúcares que han interactuado o recubierto parcialmente la superficie de la zeolita. Este recubrimiento podría estar relacionado con el proceso de impregnación o adsorción de compuestos bioactivos del jugo en la estructura microporosa de la clinoptilolita.

La presencia de partículas con diferente contraste sugiere una diversidad en la composición de los materiales presentes.

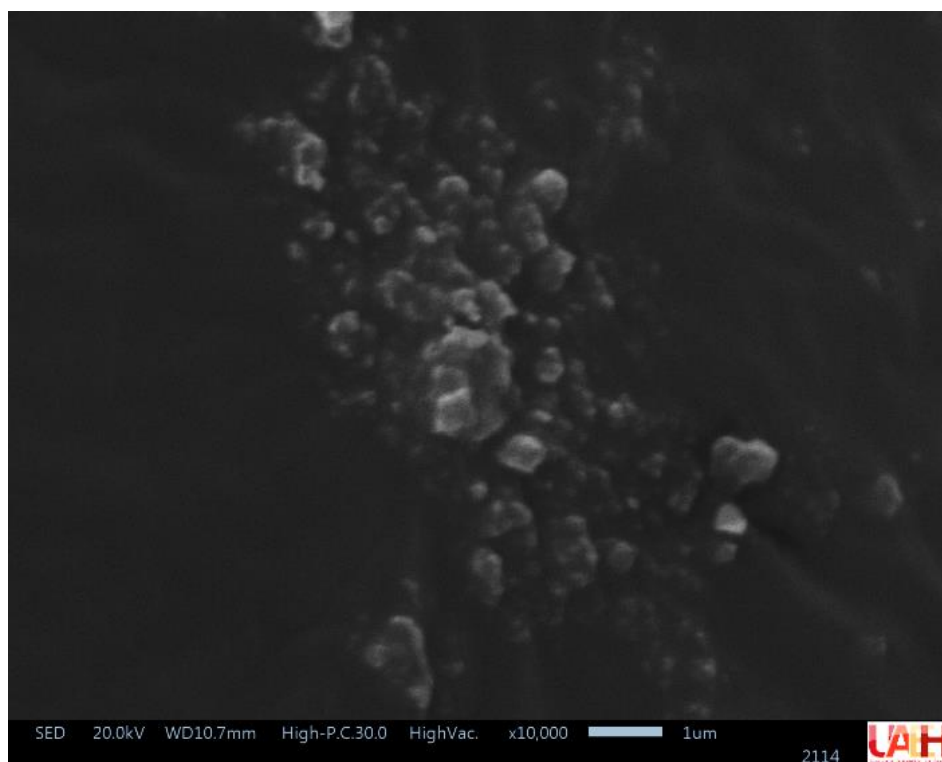


Figura 22. Composito zeolita clinoptilolita sintética con microencapsulado de jugo de granada.

La Figura 22 corresponde al composito de zeolita clinoptilolita sintética con microencapsulado de jugo de granada. En la micrografía se aprecian partículas con morfología irregular, dispersas de apariencia amorfa y uniforme.

La distribución sugiere una cobertura parcial de los cristales de zeolita por parte del agente encapsulante, el cual parece formar una película delgada alrededor de los cristales o entre ellos.

Este recubrimiento puede observarse en la textura más suave y menos brillante del fondo en comparación con las partículas cristalinas de mayor contraste.

El contraste entre las fases sugiere diferencias en densidad, las zonas más brillantes corresponden a la zeolita clinoptilolita, mientras que las áreas más oscuras pertenecen al microencapsulado. La imagen da evidencia de una buena integración entre ambos componentes, aunque se podría optar por otro método para mejorar la capacidad antioxidante del composito lo cual es fundamental para aplicaciones donde se busca protección y liberación controlada de compuestos bioactivos.

DISCUSIÓN

En esta investigación, se analizó la arena silicoaluminosa natural proporcionada por Biosíntesis Orgánica S.A. de C.V de Aguascalientes, y obtener la composición química (Tabla 6), que reveló los componentes principales que son el (SiO_2) y el (Al_2O_3), precursores esenciales para la formación de zeolita clinoptilolita, ya que estos compuestos son fundamentales para el desarrollo de su estructura cristalina.

La arena silicoaluminosa natural sin tratamiento mostró una morfología predominantemente angulosa e irregular, con tamaños que oscilan entre 270 y 520 μm , (Figura 8). Sin embargo, las partículas de mayor tamaño (520 μm) con morfología columnar, son más resistentes a la disolución durante el proceso hidrotermal. Por lo cual en este estudio se disminuyó su tamaño de partícula con una solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) para que posteriormente a la disolución la arena resultante se usara como precursor de la sílice en la síntesis de zeolita.

Con la disminución de tamaño de partícula con: Separación de un ciclón con entrada tangencial se obtuvieron partículas de tamaño de 2 y 100 μm , (Figura 10), y posteriormente se usó una solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) se obtuvieron partículas de tamaño de 10 μm , (Figura 11), esto sugiere que, aunque disminuyó el tamaño de partícula y la mayor parte de la arena reaccionó de manera efectiva, algunas partículas pueden haber quedado parcialmente sin reaccionar, lo que podría haber afectado la completa disolución de la arena en el proceso de síntesis de la zeolita, toda vez que en las micrografías de MEB se pueden percibir 2 grupos de partículas, (Figura 14, 15 y 16).

Los resultados obtenidos a partir de la caracterización de la zeolita sintetizada confirmaron la formación de clinoptilolita-heulandita, una zeolita con relación Si/Al de 5.7, (Tabla 8), dentro del

rango esperado para este tipo de zeolita clinoptilolita. La observación de cristales laminares-euhédricos correspondientes a la clinoptilolita, (Figura 15), sugiere que el proceso de síntesis fue efectivo, aunque algunas partículas no participaron completamente en la reacción y son partículas amorfas, Figura 16. Este comportamiento se confirmó con los picos más anchos observados en el difractograma de rayos X, entre 10° y 45° , lo que refleja una disolución incompleta de la sílice, (Figura 13).

En cuanto a la distribución del tamaño de partículas, se observó que la mayoría del material estaba concentrado en la fracción media, entre 2.011 y 12.99 μm , (Figura 18). Esta distribución sugiere que el proceso de síntesis produjo una variedad de tamaños de partículas, de acuerdo con el análisis, se encontró que el 5.4195% de la muestra corresponde a la fase de clinoptilolita, (Tabla 9), en concordancia con la relación Si/Al. Este hallazgo también está respaldado por el difractograma, (Figura 13).

El análisis de adsorción de nitrógeno, (Figura 19), reveló un área superficial de 3.443 m^2/g , que es coherente con las propiedades típicas de las zeolitas. La isoterma de adsorción de tipo IV, junto con un bucle de histéresis H3, confirmó la presencia de poros de ranura, un rasgo característico de las zeolitas. Este comportamiento es consistente con la retención de nitrógeno en los poros debido a la condensación capilar, lo que indica que la zeolita sintetizada presenta propiedades estructurales adecuadas para aplicaciones en adsorción.

Sin embargo, se identificaron algunas limitaciones en el proceso, como la disolución incompleta de la sílice y la presencia de partículas amorfas, lo que podría indicar la necesidad de optimizar las condiciones de síntesis para mejorar la eficiencia del proceso.

Los resultados obtenidos en la capacidad antioxidante mostraron variaciones significativas entre las distintas variedades de granada y el microencapsulado, lo que sugiere una diferente composición y concentración de compuestos bioactivos en las variedades estudiadas. Las técnicas ABTS⁺ y DPPH revelaron que la técnica ABTS⁺ dio valores consistentemente mayores, indicando una mayor sensibilidad para medir la actividad antioxidante en estas muestras. Entre

las variedades evaluadas, la variedad Papel destacó la mayor capacidad antioxidante en ambos métodos, mientras que el extracto microencapsulado, extraído en: etanol y agua, mostró valores considerablemente menores, lo que evidencia una menor concentración de compuestos activos en esta formulación.

Con respecto a los niveles de fenoles, flavonoides, taninos y antocianinas, se encontraron diferencias notables. Pero la variedad chilcuautila destacó debido a sus niveles elevados y consistentes, posicionándose como una de las variedades más prometedoras para aplicaciones médicas por sus altos niveles de antioxidantes. Por el contrario, el microencapsulado extraído en: etanol y agua presentó menores concentraciones de estos compuestos, lo que sugiere que podría ser más adecuado para aplicaciones específicas que no requieran niveles elevados de bioactivos o en su caso recurrir a otra metodología para obtener mejor concentración de compuestos bioactivos.

El composito sintetizado con zeolita clinoptilolita y jugo de granada, particularmente el elaborado con la variedad chilcuautila, demostró mantener niveles de capacidad antioxidante superiores en comparación con el composito elaborado a partir del extracto microencapsulado extraído en: etanol y agua. Sin embargo, se observó una reducción en la actividad antioxidante respecto al jugo de granada sin procesar, lo que podría atribuirse a posibles modificaciones estructurales de los compuestos bioactivos durante el proceso de síntesis que incluyó activación térmica.

Frente a lo mencionado se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis de investigación, donde se refiere que la zeolita tipo clinoptilolita sintética, es un vehículo con las propiedades físicas y químicas adecuadas para preservar las propiedades bioactivas jugo y microencapsulado de granada. Estos resultados son corroborados en la (Figura 21), que confirmó una adecuada interacción entre los compuestos bioactivos y la superficie microporosa de la clinoptilolita, respaldada por su estructura tridimensional y alta área superficial. Este fenómeno de adsorción

es crucial para la funcionalización del composito, que podría optimizarse en futuros estudios mediante modificaciones en el proceso de síntesis, como la exclusión de tratamientos térmicos.

En tal sentido, bajo lo referido anteriormente y al analizar estos resultados, confirmamos que los resultados obtenidos resaltan el potencial del composito zeolita clinoptilolita-jugo de granada como un material funcional con propiedades bioactivas entre ellas antioxidantes. La variedad chilcuautila y su capacidad para mantener niveles superiores de antioxidantes destacan como la opción más prometedora para futuros ensayos.

En general, este estudio proporciona una base sólida para el desarrollo de materiales funcionales basados en zeolitas y compuestos bioactivos naturales, para investigaciones futuras orientadas a optimizar el proceso de síntesis y evaluar aplicaciones específicas en diferentes industrias.

CONCLUSIONES

El presente estudio se demostró la viabilidad técnica de sintetizar zeolita clinoptilolita utilizando precursores de baja pureza, tales como arena silicoaluminosa natural y residuos de aluminio post-consumo (latas recicladas). Cabe destacar que los insumos empleados son de bajo costo, lo cual hace que el proceso sea accesible y factible desde el punto de vista económico.

Se logró obtener hidróxido de aluminio mediante el tratamiento químico de residuos de aluminio reciclado, y obtuvo una solución de sílice a partir de la disolución de arena silicoaluminosa natural utilizando hidróxido de amonio.

Se obtuvo un composito funcional con capacidad de preservar compuestos bioactivos, lo cual posiciona a la zeolita clinoptilolita sintética como un vehículo potencial para la estabilización y liberación controlada de ingredientes funcionales presentes en la granada.

No obstante, se observó una disminución en la actividad antioxidante en comparación con el M.E de jugo de granada, lo que resalta la necesidad de optimizar parámetros como la activación térmica, con el fin de minimizar la degradación de los compuestos bioactivos durante la formación del composito.

Futuros trabajos podrían enfocarse en el perfeccionamiento del proceso de síntesis, la mejora en la eficiencia de retención de compuestos bioactivos, y la evaluación de aplicaciones específicas en áreas como la adsorción selectiva, la liberación controlada y el desarrollo de productos con propiedades antioxidantes mejoradas.

REFERENCIAS

- Alfredo, M. C. C. (2021). *Incidencia de la zeolita sobre el aprovechamiento de nutrientes en el cultivo de arroz (oryza sativa l.) En el cantón durán* UNIVERSIDAD AGRARIA DELECUADOR].
- Alonso, A., Tejeda, E., Moreno, F., Gámez, M. d. C. R., & Medel, E. (2013). Estudio de laboratorio sobre utilización de zeolita natural versus zeolita sintética en la fabricación de mezclas semicalientes. *Materiales de construcción*(310), 195-217.
- Armbruster, T., & Gunter, M. E. (2001). Crystal structures of natural zeolites. *Reviews in mineralogy and geochemistry*, 45(1), 1-67.
- Bacakova, L., Vandrovcova, M., Kopova, I., & Jirka, I. (2018). Applications of zeolites in biotechnology and medicine—a review. *Biomaterials science*, 6(5), 974-989.
- Baerlocher, C., McCusker, L. B., & Olson, D. H. (2007). *Atlas of zeolite framework types*. Elsevier.
- Bonetto, L., Galarza, E. D., Pierella, L. B., & Saux, C. (2019). Síntesis de zeolitas ZSM-11 con porosidad jerarquizada. *Revista Tecnología y Ciencia*(36), 130-141.
- Breck, D. (1974). Recent advances in zeolite science.
- Cortés, A. C. (2009). La importancia de las zeolitas. *Cuadernos del Tomás*(1), 211-227.
- Costafreda Mustelier, J. L. (2011). Tectosilicatos con características especiales: las zeolitas naturales.
- Curi, A., Granda, W. J., Lima, H. M., & Sousa, W. T. (2006). Las Zeolitas y su Aplicación en la descontaminación de efluentes Mineros. *Información tecnológica*, 17(6), 111-118.
- Database. (2007). *Framework Type HEU*. Retrieved 20/04/2025 from <https://www.iza-structure.org/databases/>
- Estrada-Luna, D., Carreón-Torres, E., Bautista-Pérez, R., Betanzos-Cabrera, G., Dorantes-Morales, A., Luna-Luna, M., . . . Pérez-Méndez, Ó. (2019). Microencapsulated Pomegranate Reverts High-Density Lipoprotein (HDL)-Induced Endothelial Dysfunction and Reduces Postprandial Triglyceridemia in Women with Acute Coronary Syndrome. *Nutrients*, 11(8). <https://doi.org/10.3390/nu11081710>
- Farías, T. (2010). Materiales Compuestos Zeolita-Surfactante-Fármaco con Uso Potencial en la Industria Farmacéutica. <https://doi.org/10.13140/2.1.3087.2322>
- Flores Bazán, T. (2023). Efecto de un microencapsulado de jugo de granada (Púnica granatum L.) Sobre la conducta tipo ansiedad en un modelo animal de respuesta incondicionada. 32, 33. <http://dgsa.uaeh.edu.mx:8080/bibliotecadigital/handle/231104/4441>
- Fundación española de la nutrición. (2021). *Alimentos y bebidas*.
- Giannetto, G., Montes, A., & Rodríguez, G. (2000). Zeolitas: Características. *Propiedades y Aplicaciones Industriales*, 57-60.
- Gierada, M., De Proft, F., Sulpizi, M., & Tielens, F. (2019). Understanding the acidic properties of the amorphous hydroxylated silica surface. *The Journal of Physical Chemistry C*, 123(28), 17343-17352.
- González, N. K. P., Guzmán, D. D., Ramírez, M. V., García, F. L., Urbiola, E. A. C., Villanueva, L. E. T., & Cardona, M. R. (2024). Interzeolite conversion of a clinoptilolite-rich natural zeolite into merlinoite. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*.
- Guzmán, D. D., Legorreta-Gacia, F., González, N. K. P., Zamora, M. I. F., Ramírez, M. V., & Cruz, V. E. R. (2020). ¿Heulandita o Clinoptilolita? Identificación de dos zeolitas naturales isoestructurales. *Tópicos de Investigación en Ciencias de la Tierra y Materiales*, 7(7), 79-84.
- Hernández Espinosa, M. A., Hernandez Salgado, G. I., Ignacio Portillo, R., Velasco, M., Santamaria, J. D., & Montserrat, K. (2024). Materiales híbridos en ulceraciones de pie diabético: Nanoderma. *Materiales avanzados. Journal of clinical medicine*, 1(40), 148-153. https://doi.org/https://revista.iim.unam.mx/index.php/materiales_avanzados/article/view/42
- Hernández, M. Á. (2005). Evaluación de la porosidad de zeolitas naturales por medio de curvas diferenciales de adsorción. *Rev. Int. Contam. Ambient*, 71-81.

- Hernandez, M. A., Rojas, F., & Salgado, M. A. (2012). Nanopore organic-inorganic hybrid materials with properties of cell regeneration I. Physicochemical and morphological characterization. *Journal of clinical medicine*, 39-45. <https://doi.org/https://doi.org/10.1557/opl.2012.1530>
- Holland, D., & Bar-Ya'akov, I. (2014). Pomegranate: aspects concerning dynamics of health beneficial phytochemicals and therapeutic properties with respect to the tree cultivar and the environment. In *Medicinal and aromatic plants of the Middle-East* (pp. 225-239). Springer.
- Hussain, S. Z., Naseer, B., Qadri, T., Fatima, T., & Bhat, T. A. (2021). Pomegranate (*Punica granatum*)—Morphology, Taxonomy, Composition and Health Benefits. In *Fruits Grown in Highland Regions of the Himalayas* (pp. 131-144). Springer.
- 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.
- Ishizaki, K., Komarneni, S., & Nanko, M. (2013). *Porous Materials: Process technology and applications* (Vol. 4). Springer science & business media.
- Jiménez, M. (2004). Caracterización de minerales zeolíticos mexicanos. *Toluca, México: BS thesis dissertation, Universidad Autónoma del Estado de México*.
- Jyothi, S. S., Seethadevi, A., Prabha, K. S., Muthuprasanna, P., & Pavitra, P. (2012). Microencapsulation: a review. *Int. J. Pharm. Biol. Sci*, 3(2), 509-531.
- Kowalczyk, P., Sprynskyy, M., Terzyk, A. P., Lebedynets, M., Namieśnik, J., & Buszewski, B. (2006). Porous structure of natural and modified clinoptilolites. *Journal of colloid and interface science*, 279(1), 77-85.
- Kraljević Pavelić, S., Simović Medica, J., Gumbarević, D., Filošević, A., Pržulj, N., & Pavelić, K. (2018). Critical review on zeolite clinoptilolite safety and medical applications in vivo. *Frontiers in pharmacology*, 9, 1350.
- Laurino, C., & Palmieri, B. (2015). Zeolite: “the magic stone”; main nutritional, environmental, experimental and clinical fields of application. *Nutricion hospitalaria*, 32(2), 573-581.
- 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. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*.
- Li, R., Chawla, A., Linares, N., Sutjiarto, J. G., Chapman, K. W., Martínez, J. G., & Rimer, J. D. (2018). Diverse physical states of amorphous precursors in zeolite synthesis. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57(25), 8460-8471.
- Lowell, S., Shields, J. E., Thomas, M. A., & Thommes, M. (2012). *Characterization of porous solids and powders: surface area, pore size and density* (Vol. 16). Springer Science & Business Media.
- Mahdavi, A. M., & Javadivala, Z. (2021). Systematic review of the effects of pomegranate (*Punica granatum*) on osteoarthritis. *Health Promotion Perspectives*, 11(4), 411.
- Millán, G., Agosto, F., Vázquez, M., Botto, L., Lombardi, L., & Juan, L. (2008). Uso de clinoptilolita como un vehículo de fertilizantes nitrogenados en un suelo de la región Pampeana de Argentina. *Ciencia e investigación agraria*, 35(3), 293-302.
- Montes-Luna, A. d. J., Fuentes-López, N., Perera-Mercado, Y., Pérez-Camacho, O., Castruita-de León, G., García-Rodríguez, S., & García-Zamora, M. (2015). Caracterización de clinoptilolita natural y modificada con Ca²⁺ por distintos métodos físico-químicos para su posible aplicación en procesos de separación de gases. *Superficies y vacío*, 28(1), 5-11.
- Morante, F., Ramos, V., Montalván, J., & Guerrero, J. (2005). Obtención de zeolita sintética clinoptilolita en condiciones de laboratorio. *Revista Tecnológica-ESPOL*, 18(1).
- Mumpton, F. A. (1985). Using zeolites in agriculture. *Innovative biological technologies for lesser developed countries*, 127-158.

- Muñoz, Á. I. N., Martínez, I. T. M., Chávez, K. A. G., Vázquez, M. F. Z., Landeros, M. Á. P., & Ramírez, A. M. (2024). Síntesis de zeolitas mediante el método hidrotermal asistido por sonicación/sembrado. *JÓVENES EN LA CIENCIA*, 28.
- Nada, M. H., & Larsen, S. C. (2017). Insight into seed-assisted template free synthesis of ZSM-5 zeolites. *Microporous and Mesoporous Materials*, 239, 444-452.
- Novo Fernández, R., & Costafreda Mustelier, J. L. (2018). Las zeolitas naturales de México.
- Olguín, M. T. (2009). Zeolitas características y propiedades. *Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Depto. de Química, AP, México DF*.
- Ottolino, P., Vivas, L., Rodríguez, C., Ruiz, A., & Torres, A. (2007). Uso intracorporal de zeolite (Quick Clot®) en paciente con trauma toracoabdominal penetrante. Reporte del primer caso en Venezuela. *REVISTA VENEZOLANA DE CIRUGÍA*, 60(1), 46-48.
- Qian, K. K., & Bogner, R. H. (2012). Application of mesoporous silicon dioxide and silicate in oral amorphous drug delivery systems. *Journal of pharmaceutical sciences*, 101(2), 444-463.
- Rural, S. d. A. y. D. (2021). Granada, granos rojos llenos de sabor. <https://www.gob.mx/agricultura/articulos/granada-granos-rojos-llenos-de-sabor?idiom=es#:~:text=En%20M%C3%A9xico%20la%20granada%20se,monta%C3%B1a%2C%20de%20encino%20y%20pino>.
- Salgado, K. (2024, 24 agosto). Descubre la mejor época para cultivar el árbol de granada en casa. <https://www.gastrolabweb.com/tips/2024/8/23/descubre-la-mejor-epoca-para-cultivar-el-arbol-de-granada-en-casa-51204.html>
- Silva, T. B. P., Campos, E., & Olguín, M. T. (2000). Remoción de níquel, cadmio y zinc del agua, utilizando clinoptilolita heulandita. *CIENCIA ergo-sum, Revista Científica Multidisciplinaria de Prospectiva*, 7(3).
- Simonetti, S. I., & Brizuela, G. (2013). Liberación controlada de fármacos: estudios de adsorción en materiales mesoporosos.
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.
- Tupa Barrantes, D. H. (2014). Enraizamiento de estacas de 4 variedades de granado (*Punica Granatum* L.) Con 2 fuentes de auxinas en diferentes concentraciones, Majes 2013.
- Villaquirán-Cañedo, M. A., Mejía-De Gutiérrez, R., Gordillo-Suárez, M., & Constanza-Gallego, N. (2016). Producción de zeolitas de baja sílice a partir de caolín colombiano. *Ingeniería, investigación y tecnología*, 17(1), 109-118.
- Wang, X., Plackowski, C. A., & Nguyen, A. V. (2016). X-ray photoelectron spectroscopic investigation into the surface effects of sulphuric acid treated natural zeolite. *Powder Technology*, 295, 27-34.
- Wang, Z., Jiang, Y., Lafon, O., Trébosc, J., Duk Kim, K., Stampfl, C., . . . Huang, J. (2016). Brønsted acid sites based on penta-coordinated aluminum species. *Nature communications*, 7(1), 13820.
- Wirsching, U. (1981). Experiments on the hydrothermal formation of calcium zeolites. *Clays and Clay Minerals*, 29, 171-183.
- Yisimayili, Z., & Chao, Z. (2022). A review on phytochemicals, metabolic profiles and pharmacokinetics studies of the different parts (juice, seeds, peel, flowers, leaves and bark) of pomegranate (*Punica granatum* L.). *Food Chemistry*, 395, 133600.
- Yusuf, E., Efeovbokhan, V., & Babalola, R. (2019). Development and Characterization of Zeolite -A from Elefun Kaolin. *Journal of Physics: Conference Series*,

Productos





otorgan el presente

Reconocimiento

a

Sarahí Guerrero Marín

Por la presentación en póster de manera oral titulada “Síntesis de zeolita clinoptilolita a partir de silicoaluminato natural y latas de aluminio”, cuyos autores son: **S. Guerrero-Marín, F. Legorreta-García y Y. Rosario-Olguin**, la cual se llevó a cabo de manera virtual como parte de las actividades del VIII Seminario Regional de Materiales Avanzados, organizado por el Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales.

Mineral de la Reforma, Hgo., a 4 de octubre de 2024.



Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI

Atentamente

“Amor, Orden y Progreso”



Dr. Ventura Rodríguez Lugo
Líder del Cuerpo Académico de Materiales Avanzados y Organizador Principal del Seminario Regional de Materiales Avanzados



Dr. Julia César-Juárez Tapia
Jefe de Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales










Número de control: ICBI-DR1497/2024

SOUTH FLORIDA
publishing



CERTIFICATE OF PUBLICATION

We declare that the paper “Síntesis de zeolita clinoptilolita a partir de silicoaluminato natural y latas de aluminio” written by Sarahí Guerrero Marín, Felipe Legorreta García, Gabriel Betanzos Cabrera, Alfonso Atilán Gil, Julio Cesar Juárez Tapia, Yaneth Rosario Olguin, was published in the South Florida Journal of Development (SFJD), ISSN 2675-5459 Vol. 5 No. 11 2024, journal that is edited by South Florida Publishing LLA.

It is an online journal, and the paper can be found by accessing the following
<https://ojs.southfloridapublishing.com/ojs/index.php/jdev/issue/view/117>

DOI: <https://doi.org/10.46932/sfjdv5n11-046>

As an expression of the truth, we hereby sign this declaration.



Publication Validation QR

Miami, November, 28 th 2024.

