



ESCUELA UNIVERSITARIA DE POSGRADO

CONDICIONES DE OPERACIÓN FAVORABLES PARA LA MODIFICACIÓN DEL ÁREA SUPERFICIAL DE LAS CENIZAS VOLANTES DE LA INDUSTRIA DEL COCIDO DE LADRILLOS PARA SU APLICACIÓN EN LA REMOCIÓN DE IONES CADMIO (II)

Línea de investigación:

Tecnologías para residuos y pasivos ambientales. Biorremediación

Tesis para optar el grado académico de Doctor en Medio Ambiente y
Desarrollo Sostenible

Autor:

Pérez Chauca, León Fernando

Asesora:

Castañeda Pérez, Luz Genara
(ORCID: 0000-0001-6684-8205)

Jurado:

Zamora Talaverano, Noé Sabino

Jave Nakayo, Jorge Leonardo

Ramos Vera, Juana Rosa

Lima - Perú

2023

CONDICIONES DE OPERACIÓN FAVORABLES PARA LA MODIFICACIÓN DEL ÁREA SUPERFICIAL DE LAS CENIZAS VOLANTES DE LA INDUSTRIA DEL COCIDO DE LADRILLOS PARA SU APLICACIÓN EN LA REMOCIÓN DE IONES CADMIO (II)

INFORME DE ORIGINALIDAD

22%

INDICE DE SIMILITUD

17%

FUENTES DE INTERNET

6%

PUBLICACIONES

10%

TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	Submitted to Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga	5%
	Trabajo del estudiante	

2	hdl.handle.net	1%
	Fuente de Internet	

3	es.scribd.com	1%
	Fuente de Internet	

4	qdoc.tips	1%
	Fuente de Internet	

5	repositorio.unap.edu.pe	1%
	Fuente de Internet	

6	tesis.ucsm.edu.pe	<1%
	Fuente de Internet	

7	Submitted to Universidad Nacional del Santa	<1%
	Trabajo del estudiante	



Universidad Nacional
Federico Villarreal

VRIN | VICERRECTORADO
DE INVESTIGACIÓN

ESCUELA UNIVERSITARIA DE POSGRADO

CONDICIONES DE OPERACIÓN FAVORABLES PARA LA MODIFICACIÓN DEL
ÁREA SUPERFICIAL DE LAS CENIZAS VOLANTES DE LA INDUSTRIA DEL
COCIDO DE LADRILLOS PARA SU APLICACIÓN EN LA REMOCIÓN DE IONES
CADMIO (II)

Línea de investigación: Tecnologías para Residuos y Pasivos Ambientales. Biorremediación

Tesis para optar el grado académico de
Doctor en Medio Ambiente y Desarrollo Sostenible

Autor:

Pérez Chauca, León Fernando

Asesor:

Castañeda Pérez, Luz Genara

(ORCID N° 0000-0001-6684)

Jurado:

ZAMORA TALAVERANO, Noé Sabino

JAVE NAKAYO, Jorge Leonardo

RAMOS VERA, Juana Rosa

Lima - Perú

2023

DEDICATORIA

AL ALTÍSIMO

Por estar siempre conmigo y por colmarme a mí y a mis seres queridos con salud, trabajo y amor; también por darme la bendición de estar vivo y así poder culminar uno más de mis proyectos.

A MI ESPOSA MARY,

Por brindarme su amor, tiempo, comprensión, desvelo y mucho más.

A LOS COMPLEMENTOS DE MI EXISTENCIA

Sin ellos mi vida no tendría tanto sentido, mis hijos: Michael y Gina, mis adorados nietos por su cariño y ternura: Romina del Rosario, Gianella Rose y Raziel Danilo, feliz de que sean parte de mi existencia.

A MIS ADORADOS PADRES

Feliciano y Santona, que Nuestro Padre Celestial los tenga en su Gloria.

AGRADECIMIENTOS

Expreso mi infinito agradecimiento a Nuestro Padre Celestial, por darnos la fortaleza, inteligencia y sabiduría; para culminar con éxito la presente investigación.

A mi asesora Dra. Luz Genara Castañeda Pérez, por su enorme paciencia, sus consejos durante el desarrollo de esta tesis, su disposición a compartir sus conocimientos.

A mi colega y amigo Luis Américo Carrasco Venegas, por su apoyo, idea, y sugerencias en desarrollar la presente investigación.

Al Comité de Administración de los Recursos para la Capacitación (CAREC), por el auspicio del estudio de Doctorado en la Escuela Universitaria de Posgrado de la Universidad Federico Villarreal.

Índice

	Pág.
Resumen.....	12
Abstrac	13
I. INTRODUCCIÓN.....	14
1.1 Planteamiento del problema	16
1.2 Descripción del problema.....	18
1.3 Formulación del problema	19
1.3.1 Problema general	19
1.3.2 Problemas específicos.....	19
1.4 Antecedentes	19
1.5 Justificación de la Investigación	35
1.6 Limitaciones de la Investigación.....	36
1.7 Objetivos de la Investigación	36
1.7.1 Objetivo general	36
1.7.2 Objetivos específicos	36
1.8 Hipótesis.....	37
1.8.1 Hipótesis general	37
1.8.2 Hipótesis específicas.....	37
II. MARCO TEÓRICO	38
2.1. Cenizas volantes.....	38

2.1.1. Propiedades físicas.....	38
2.1.2. Propiedades químicas.....	38
2.2. Adsorción	40
2.2.1. Isotermas de adsorción.....	40
2.2.2. Isotherma de Brunauer, Emmett y Teller (BET)	42
2.3. Desarrollo Sostenible	43
2.4. Contaminación con metales pesados.....	43
2.4.1. Contaminación con cadmio (II)	43
2.5. Difracción de rayos X	44
2.6. Diseños experimentales.....	45
2.7. Diseños factoriales	46
2.7.1. Diseño factorial del tipo 3^2	46
2.8. Metodología de superficie respuesta (MSR).....	47
III. MÉTODO	49
3.1. Tipo de Investigación.....	49
3.2. Población y muestra	49
3.2.1. Población.....	49
3.2.2. Muestra	49
3.3. Operacionalización de variables.....	51
3.4. Instrumentos	54
3.5. Procedimientos	54

3.5.1. Tratamiento de las cenizas del carbón mineral.....	55
3.5.2. Modificación química de la ceniza volante	57
3.5.3. Remoción de iones Cd (II).....	59
3.6. Análisis de datos.....	61
3.7. Consideraciones éticas	62
IV. RESULTADOS	63
4.1. Respecto a la Caracterización inicial de la ceniza volantes	63
4.2. Respecto a la modificación química de las cenizas volantes	65
4.2.1. Composición mineralógica	65
4.2.2. Área superficial.....	72
4.3. Respecto a la influencia de la concentración de NaOH y tiempo de agitación.....	78
4.3.1. Análisis de varianza para el incremento del área superficial.....	78
4.3.2. Coeficientes de regresión para el incremento del área superficial	82
4.3.3. Superficie de respuesta para el incremento del área superficial	83
4.3.4. Gráfica de contornos para el incremento del área superficial.....	83
4.3.5. Análisis de influencia de la concentración y tiempo de agitación.....	85
4.4. Respecto a la remoción de iones Cd (II)	86
4.5. Respecto a la influencia de tiempo y velocidad de agitación.....	87
4.5.1. Análisis de varianza para el porcentaje de remoción	87
4.5.2. Coeficientes de regresión para el porcentaje de remoción	90
4.5.3. Superficie de respuesta para el porcentaje de remoción.....	91

4.5.4. Gráfica de contornos para el porcentaje de remoción.....	92
4.5.5. Análisis de influencia del tiempo y velocidad de agitación	93
V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	94
VI. CONCLUSIONES.....	99
VII. RECOMENDACIONES	101
VIII. REFERENCIAS.....	102
IX. ANEXOS.....	109

Índice de tablas

	Pág.
Tabla 1 Compuestos en las cenizas con alto y bajo contenido de calcio	39
Tabla 2 Tratamientos experimentales según el diseño factorial 3^2	47
Tabla 3 Coordenadas UTM de la zona industrial del cocido de ladrillos, Compañía-Pacaycasa-Ayacucho.....	50
Tabla 4 Operacionalización de variables	52
Tabla 5 Instrumentos utilizados en la presente investigación.....	54
Tabla 6 Ensayos para la remoción de Cd (II)) usando cenizas volantes.....	56
Tabla 7 Niveles de experimentación para la modificación de las cenizas volantes.....	58
Tabla 8 Niveles de distribución experimental para la modificación de las cenizas volantes .58	58
Tabla 9 Niveles de experimentación en la remoción de iones Cd (II).....	60
Tabla 10 Niveles de distribución experimental para la remoción de iones Cd (II)	60
Tabla 11 Resultados de la remoción de Cd (II) usando cenizas volantes inicial	64
Tabla 12 Composición mineralógica de la ceniza volante (DRX-0) y de las cenizas modificadas (DRX-1 a DRX-9).....	66
Tabla 13 Resultados del área superficial de las cenizas volantes modificadas.....	73
Tabla 14 Análisis de varianza para el incremento del área superficial	79
Tabla 15 Efectos estimados para el incremento del área superficial	81
Tabla 16 Coeficientes de regresión para el incremento del área superficial.....	82
Tabla 17 Respuesta optimizada para el incremento del área superficial	84
Tabla 18 Resultados de la remoción de iones Cd (II) según el diseño factorial 3^2	86
Tabla 19 Análisis de varianza para el porcentaje de remoción de iones Cd (II).....	88
Tabla 20 Efectos estimados para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)	89
Tabla 21 Coeficientes de regresión para el porcentaje de remoción de iones Cd (II).....	90

Tabla 22 Resultado optimizado para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)	92
--	----

Índice de figuras

	Pág.
Figura 1 Tipos más usuales de isothermas de adsorción según IUPAC.....	41
Figura 2 Acciones básicas en la metodología de superficie respuesta (MSR)	48
Figura 3 Ubicación de la zona industrial del cocido de ladrillos-Compañía-Pacaycasa- Ayacucho	50
Figura 4 Ubicación de Departamento de Ayacucho en el mapa del Perú.....	51
Figura 5 Diagrama de bloque del tratamiento de la ceniza de carbón mineral.....	56
Figura 6 Difractograma de la ceniza volante inicial (DRX-0).....	63
Figura 7 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante en su condición de inicio	64
Figura 8 Difractograma de la ceniza volante modificado-1 (DRX-1).....	65
Figura 9 Difractograma de la ceniza volante modificado-2 (DRX-2).....	67
Figura 10 Difractograma de la ceniza volante modificado-3 (DRX-3).....	68
Figura 11 Difractograma de la ceniza volante modificado-4	68
Figura 12 Difractograma de la ceniza volante modificado-5 (DRX-5).....	69
Figura 13 Difractograma de la ceniza volante modificado-6 (DRX-6).....	70
Figura 14 Difractograma de la ceniza volante modificado-7	70
Figura 15 Difractograma de la ceniza volante modificado-8	71
Figura 16 Difractograma de la ceniza volante modificado-9	72
Figura 17 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 1	74
Figura 18 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 2	74
Figura 19 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 3	75
Figura 20 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 4	75
Figura 21 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 5	76
Figura 22 Isotherma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 6	76

Figura 23 Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 7	77
Figura 24 Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 8	77
Figura 25 Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 9	78
Figura 26 Diagrama de Pareto estandarizado para el incremento del área superficial	80
Figura 27 Diagrama de superficie de respuesta para el incremento del área superficial.....	83
Figura 28 Gráfica de contornos estimada para el incremento del área superficial	84
Figura 29 Influencia de la concentración y tiempo de agitación en el incremento del área superficial.....	85
Figura 30 Carta estandarizada de Pareto para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)....	89
Figura 31 Diagrama de superficie de respuesta para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)	91
Figura 32 Gráfica de contornos estimada para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)...	92
Figura 33 Influencia de tiempo y velocidad de agitación en el porcentaje de remoción.....	93

Resumen

El propósito de la investigación fue determinar las condiciones de operación favorables para la modificación de las cenizas volantes producidas en la industria del cocido de ladrillos y su aplicación en la remoción de iones Cd (II). La investigación es de tipo experimental cuantitativa de nivel aplicativo. En la modificación química de la ceniza volante para incrementar el área superficial, se utilizó el diseño factorial del tipo 3^2 , considerando la concentración de la solución de NaOH y el tiempo para tres valores diferentes. La modificación se verificó mediante difracción de rayos X mediante su composición mineralógica. Utilizando el método BET (Brunauer, Emmett y Teller) se obtuvo $8,59 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial para la ceniza volante inicial y el valor más alto de $33,99 \text{ m}^2/\text{g}$ para la modificada; el método de modificación propuesto permitió el incremento del área superficial en cuatro veces más (397 %), con condiciones de operación favorable de concentración de NaOH 2,0 M y 60 minutos de agitación. Mediante el diseño factorial del tipo 3^2 se evaluó el nivel de remoción con soluciones de 110 ppm de iones Cd (II) de concentración inicial, lográndose una remoción de 99,75 % a diferencia de la ceniza no modificada que removió 20,0 %. Se concluye que la investigación permitió modificar químicamente las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos, y estas cenizas modificadas mostraron una alta eficiencia en la remoción de iones Cd (II) y que podrían ser utilizados para la remoción de otros metales pesados.

Palabras claves: ceniza volante, área superficial, adsorción, remoción, cadmio (II)

Abstrac

The purpose of the research was to determine the favorable operating conditions for the modification of fly ash produced in the brick firing industry and its application in the removal of Cd (II) ions. The research is quantitative experimental type of application level. In the chemical modification of fly ash to increase the surface area, the type 3^2 factorial design was used, considering the concentration of the NaOH solution and time for three different values. The modification was verified by X-ray diffraction through its mineralogical composition. Using the BET method (Brunauer, Emmett and Teller), 8,59 m²/g of surface area was obtained for the initial fly ash and the highest value of 33,99 m²/g for the modified one; The proposed modification method allowed an increase in the surface area four times more (397 %), with favorable operating conditions of 2,0 M NaOH concentration and 60 minutes of stirring. Using the type 3^2 factorial design, the removal level was evaluated with solutions of 110 ppm of Cd (II) ions of initial concentration, achieving a removal of 99,75 %, unlike the unmodified ash that removed 20,0 %. It is concluded that the research allowed the chemical modification of fly ash from the brick firing industry, and these modified ashes showed high efficiency in the removal of Cd (II) ions and could be used for the removal of other heavy metals.

Keywords: fly ash, surface area, adsorption, removal, cadmium (II).

I. INTRODUCCIÓN

La presente investigación tuvo como objetivo utilizar las cenizas volantes provenientes de la industria del cocido de ladrillos, como material de partida para modificarlas químicamente a diferentes concentraciones de NaOH y tiempos de agitación con tratamiento térmico; para incrementar el área superficial y aplicarlo como material adsorbente en la remoción de iones Cd (II) en solución. Siendo un ámbito interesante en las cuales diversos investigadores como García et al. (2020), sintetizaron zeolita beta (Z β) usando cenizas volantes; Iqbal et al. (2019) produjeron zeolita 4A a partir de las cenizas volantes de carbón; Wulandari et al. (2019) sintetizaron zeolita tipo A, a partir de cenizas volantes de carbón; Carreño et al. (2019), utilizaron cenizas volantes con altos niveles de Si y Al, para producir materiales adsorbentes como zeolitas de alta pureza, y diversos trabajos de usos de las cenizas volantes.

Ge et al. (2018), señalan que las cenizas volantes son un tipo de desecho industrial que pueden causar problemas ambientales si se descargan en el aire, pero que también pueden ser utilizadas como adsorbentes para el tratamiento de contaminantes ambientales debido a sus características únicas. Por otro lado, Valeey et al. (2019), indican que los depósitos de cenizas volantes que resultan de la quema y gasificación del carbón, son considerados como una amenaza continua para el entorno debido a diversos factores que pueden contaminar el aire, el agua y el suelo, así como afectar a la fauna. Por lo descrito, las cenizas volantes de carbón son una importante fuente de contaminación global, clasificadas como "residuos peligrosos". Por ello es necesario investigar las posibilidades de obtener productos con propiedades adsorbentes; mediante tratamientos alcalino en medio térmico a partir de las cenizas volantes y de esta manera, aprovechar un material desechable y darle un valor agregado según la economía circular.

Uno de los problemas preocupantes en el mundo, es la contaminación del agua; especialmente con metales pesados en los efluentes líquidos, el cual representa una

preocupación latente en la alimentación y la salud pública. Los metales pesados representan una de las principales fuentes de contaminación del agua; las cuales provienen de la industria minera, metalúrgica, galvanizado, cerámica, pintura, etc., que generalmente descargan en sus efluentes, diferentes metales pesados con concentraciones elevadas, las cuales vienen a ser tóxicos; dentro de ello se tiene al cromo (III), cadmio (II), cobre (II), plomo (II), cinc (II), níquel (II) entre otros. Existen diversas tecnologías utilizadas para la eliminación de iones de metales pesados en efluentes líquidos, dentro de ello se destaca la adsorción que se caracteriza por su eficacia, simplicidad y bajo costo.

El objetivo 12 de Desarrollo Sostenible esta referido a la producción y consumo responsable, que consiste en hacer más y mejores cosas con menos recursos, tratando de desvincular el crecimiento económico de la degradación medioambiental, aumentando la eficiencia de los recursos y promoviendo los estilos de vida sostenibles. Adicionalmente pueden contribuir de manera sustancial a la mitigación de la pobreza y a la transición hacia economías verdes y con bajas emisiones de carbono. (Naciones Unidas, 2015)

La industria de los ladrillos en la región de Ayacucho desde hace muchos años utiliza leña como combustible convencional en el cocido de los ladrillos, la cual se obtiene de árboles como el eucalipto, molle, huarango, sauce entre otros. No obstante, actualmente se está utilizando el carbón mineral como fuente adicional de energía, como consecuencia de ello se produce mayor cantidad de cenizas, generándose mayor contaminación en el aire y suelo. Desde este contexto, con el desarrollo de esta investigación, se propone utilizar las cenizas volantes producidas por la combustión del carbón mineral en la industria del cocido de ladrillos, para modificarlas químicamente y aplicarlas como adsorbentes en la remoción de iones Cd (II) en solución líquida; y así la industria de este rubro adecuarse al objetivo 12 de Desarrollo Sostenible con una nueva modalidad de consumo y producción sostenible para reducir los efectos ambientales y aumentar el bienestar social.

La investigación es de tipo experimental, cuantitativa y de nivel aplicativo. Inicialmente se efectúa el tratamiento de la ceniza obtenida de las ladrilleras para obtener cenizas volantes, luego se caracteriza en su condición inicial por difracción de rayos X (DRX) y por el método BET (Brunauer-Emmett-Taller). Posteriormente, la ceniza volante se modifica químicamente para incrementar el área superficial, usando NaOH a diferentes concentraciones y tiempo de agitación, para esta etapa se utilizó el diseño factorial del tipo 3^2 . Finalmente, las cenizas modificadas fueron evaluadas como material adsorbente en la remoción de iones Cd (II) en solución. El objetivo general de esta investigación es dar a conocer el aprovechamiento de un material considerado como contaminante sólido previa modificación química y ser aplicado en la remoción de metales pesados en sistemas acuosos.

1.1 Planteamiento del problema

Las plantas termoeléctricas a nivel mundial emplean carbón mineral bituminoso y antracítico como principal combustible, los cuales producen cenizas (cenizas volantes y cenizas de fondo) como principal producto sólido. Generalmente, este producto sólido está compuesto por más de un 70 % de material vitreo aluminosilicatado. Las cenizas generadas (cenizas volantes y de fondo) se caracterizan por tener de 40 a 52 % de sílice en forma de SiO_2 , y otros componentes químicos (Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , SO_3 , Na_2O , K_2O y trazas de otros componentes metálicos); parte de ellos son utilizadas en la industria del cemento, construcción y los excedentes son llevados a depósitos de desecho sólidos o eliminados al medio ambiente.

Bhatt et al. (2019), afirman que el carbón es utilizado como fuente importante de energía en todo el mundo. Asimismo, señala que en el 2015 el carbón suministró el 29 % de la energía a nivel mundial; a pesar de los aumentos en el uso de energías renovables, y esperan que la proporción de uso del carbón siga siendo del 24 % para el 2035.

El personal que laboran en las industrias que involucran cenizas volantes tienen un alto riesgo en adquirir enfermedades pulmonares y respiratorios (silicosis), sufrir de síntomas oculares (irritación de los ojos, caso conjuntivitis) e irritaciones cutáneas en general.

La industria del cocido de ladrillos en la región de Ayacucho ha incorporado al carbón mineral como complemento energético. En la localidad del Compañía del distrito de Pacaycasa se encuentra la zona industrial de producción de ladrillos, constituida por una asociación de productores de aproximadamente 50 socios; cuentan con aproximadamente 90 hornos, con una producción mensual de 50 millares de ladrillos por cada horno. La producción de ladrillos genera cenizas constituido por cenizas volantes y de fondo a partir de leña y del carbón mineral; con peso en bruto de aproximadamente de 1620 TM/año y residuos totales incluyendo arenillas de los ladrillos de 10200 TM/año; los cuales no tienen ningún aprovechamiento, los que son llevados a algún botadero o acumulados dentro de sus instalaciones.

Las cenizas volantes son residuos peligrosos, y desde ese enfoque su prevención es sumamente necesaria, para su eliminación o aprovechamiento como materia prima y no sean eliminados irresponsablemente; al medio ambiente o acumulados sin ninguna utilidad específica.

Por otro lado, la contaminación en los medios acuosos y efluentes industriales por iones metálicos como Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} entre otros, es considerado como uno de los problemas ambientales más importantes debido a la toxicidad y posible acumulación de estos iones en la cadena alimentaria. Por ello, es de suma importancia desarrollar métodos eficientes y económicos para eliminar dichos metales pesados de los efluentes líquidos para evitar los impactos negativos para la salud y el medio ambiente.

Bajo este contexto, hemos investigado las condiciones de operación favorables para la modificación del área superficial de estas cenizas volantes (cenizas residuales de la industria ladrillera) para su aplicación en la remoción de iones Cd (II) en soluciones, y así motivar a la

industria de la producción de ladrillos de la región, a cumplir el objetivo 12 del Desarrollo Sostenible incorporando metodología para reducir los efectos ambientales en una producción y consumo responsable.

1.2 Descripción del problema

La industria del cocido de ladrillos en la región de Ayacucho, genera aproximadamente 1620 TM/año de cenizas volantes y de fondo, las cuales no tienen una disposición adecuada mucho menos ningún uso específico.

Las cenizas volantes, son parte de los productos de la combustión del carbón mineral, se caracterizan por tener tamaño de partículas en el rango de 0,5 a 200 μm y se componen especialmente de partículas esféricas; este tipo de material comúnmente se denomina material particulado (PM). Whiteside & Herndon (2019), afirman que las personas expuestas crónicamente a las cenizas volantes de carbón podrían aumentar la incidencia en enfermedades respiratorias, incluso la enfermedad pulmonar obstructiva crónica. Por ello, al manipular las cenizas volantes se requieren precauciones especiales como el uso de mascarillas especiales, gafas de seguridad o anteojos, para evitar que entre en contacto en las vías respiratorias y a los ojos. Por tanto, las cenizas volantes debieran utilizarse como material de partida para la obtención de adsorbentes, para propiciar la economía circular en la industria del ladrillo y poder cumplir con el objetivo 12 del Desarrollo Sostenible referido a la producción y consumo responsable.

Por lo señalado, en esta investigación nos proponemos utilizar las cenizas volantes producidas en la industria del cocido de ladrillos como materia prima inicial y modificarla químicamente, para lograr las mejores características basado en el incremento del área superficial para su aplicación en la remoción de iones Cd (II) en solución líquida.

1.3 Formulación del problema

1.3.1 Problema general

- ¿Cuáles son las condiciones de operación favorables para la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II)?

1.3.2 Problemas específicos

- ¿Cuál es la composición mineralógica y del área superficial que caracterizan inicialmente a las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos?
- ¿Cuáles son las condiciones de operación favorable del tratamiento con NaOH a diversas concentraciones y tiempos de agitación de las cenizas volantes para lograr la modificación del área superficial y mejorar su capacidad de adsorción?
- ¿Cuál es el nivel de influencia de la concentración de NaOH y del tiempo de agitación en la modificación del área superficial de las cenizas volantes?
- ¿Cuáles son las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas?
- ¿Cuál es el nivel de influencia de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando ceniza volante modificada?

1.4 Antecedentes

Parra-Huertas et al. (2023), investigaron la síntesis y caracterización de zeolitas de Faujasita-Na utilizando cenizas volantes (FA) como fuente de materia prima. En la preparación del material, inicialmente lo sometieron a un pretratamiento que incluyó lavados con soluciones ácidas y tratamiento térmico para eliminar el carbono no quemado que podría interferir con el proceso de síntesis. Luego, lo fusionaron con NaOH y lo colocaron en un reactor hidrotermal para obtener la zeolita deseada. Utilizaron técnicas como difracción de rayos X (XRD), espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), análisis térmico diferencial y

calorimetría diferencial de barrido (TGA-DTA), microscopia electrónica de barrido (SEM-EDX) y espectrometría de fluorescencia de rayos X (XRF) para caracterizar los productos obtenidos y encontraron que la Faujasita-Na sintetizada tenía un tamaño de cristal promedio de 38,7 nm y un área activa de 460 m²/g; por otro lado, encontraron que las cenizas volantes solo tenían un área BET de 6 m²/g. De acuerdo a sus resultados concluyen que el proceso de síntesis propuesto fue eficiente con resultados muy consistentes según lo proyectado.

Amoni et al. (2022), presentan un estudio experimental sobre la síntesis de zeolita A, a partir del tratamiento de cenizas volantes y la extracción controlada de sílice y alúmina. Además, buscaron minimizar la presencia de fases secundarias mediante el ajuste de las mezclas de reacción. Señalan que las muestras precursoras y las zeolitas sintetizadas fueron ampliamente caracterizadas mediante diferentes técnicas, como difracción de rayos X, espectroscopia infrarroja, microscopía electrónica y análisis termogravimétrico. Desarrollaron una nueva técnica de caracterización de poros que combina isothermas experimentales de CO₂ y simulación molecular. Así mismo, encontraron que las zeolitas obtenidas presentaron alta cristalinidad y bajo grado de defectos, y fueron eficientes en la disminución de la viscosidad del cemento asfáltico modificado, lo que contribuyó a mejorar su trabajabilidad. Finalmente concluyen que, en el estudio, llegaron a demostrar que las cenizas volantes tratadas afectaron la eficiencia de síntesis y las propiedades de las zeolitas sintetizadas.

Gjyli et al. (2021), afirman que las cenizas volantes es un subproducto del carbón que a menudo se eliminan en vertederos debido a la falta de uso. Sin embargo, indican que reciclar las cenizas volantes es beneficioso en términos de calidad, rentabilidad y medio ambiente. Así mismo, indican que las cenizas volantes silíceas tienen una composición química y mineralógica que las hace adecuadas para la síntesis de zeolitas, que son minerales microporosos de aluminosilicato con una amplia variedad de aplicaciones industriales. El estudio se enfocó en la síntesis de zeolitas tipo X y A con alta cristalinidad y un alto valor de

área superficial utilizando un método de prefusión seguido de tratamiento hidrotérmico bajo diversas condiciones. Determinaron que los productos zeolíticos se forman utilizando NaOH, pero no utilizando KOH y LiOH. Confirman que el pretratamiento de las cenizas volantes con ácido es un parámetro importante para garantizar la pureza de la zeolita sintética. Además, demostraron que la temperatura, el tiempo de cristalización, la relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ y el tipo de agua utilizada son factores que afectan el tipo de zeolita sintetizada. Concluyen que la zeolita X se utilizó con éxito como catalizador en la alquilación de fenol utilizando carbonato de dietilo.

Los autores Langauer et al. (2021), en su investigación se centraron en el uso de las cenizas volantes del carbón, un residuo de la combustión del carbón, para sintetizar zeolitas y obtener un mayor valor agregado del producto. Primero las cenizas volantes se caracterizaron, luego se trataron hidrotérmicamente con diferentes concentraciones de NaOH, LiCl, Al_2O_3 y vidrio acuoso, a diferentes temperaturas y durante diferentes duraciones del proceso. Después de la cristalización, evaluaron el producto utilizando técnicas como SEM-EDX, XRD y análisis textural. Obtuvieron varias fases de zeolita, como sodalita, phillipsita, chabazita, faujasita-Na y faujasita-Ca, y se precisaron que las condiciones óptimas para la formación de la fase de zeolita fueron concentración de NaOH de 4 M, 4 mL de LiCl al 10 %, una relación líquida/sólida de 30:1, una relación sílice/alúmina de 1:1, una temperatura de 120 °C, un tiempo de proceso de 24 h y una fase de cristalización de 16 h a 50 °C. La investigación tuvo como objetivo producir un material con suficientes propiedades texturales para su uso como adsorbente y/o material de almacenamiento.

Makgabutlane et al. (2020), exploraron la posibilidad de utilizar cenizas volantes de carbón como materiales de partida para la síntesis de zeolitas utilizando procesos de microondas y ultrasonido para aumentar la eficiencia energética. Lograron sintetizar zeolita sodalita en fase pura con un área superficial mayor y de mayor capacidad de intercambio

cationico en un tiempo de reacción relativamente corto. Evaluaron la eficacia de la zeolita sodalita en la eliminación de amonio de la orina y se comparó con cenizas volantes de carbón sin tratar y una zeolita natural comercial. Encontraron que la zeolita sodalita en fase pura resultó ser la más efectiva en la eliminación de amonio, con una eficiencia del 82 % y 73 % en la orina hidrolizada sintética y real, respectivamente. Afirman que el proceso de adsorción siguió el modelo cinético de pseudo segundo orden y la isoterma de adsorción de Freundlich. Según los resultados obtenidos, sugieren que las cenizas volantes de carbón pueden ser una fuente potencial de materiales de partida para la síntesis de zeolitas con aplicaciones en la eliminación de contaminantes en el agua.

Boycheva et al. (2020), emplearon cenizas volantes (FA) generadas a partir de la combustión de carbón de lignito en diferentes Centrales Térmicas (TPPs) para producir zeolitas del tipo Na-X (FAZs) mediante activación alcalina utilizando tres procedimientos de laboratorio. Para ello, llevaron a cabo pruebas para caracterizar la morfología, la composición de fases y las propiedades superficiales de las FAZs, que determinan su potencial como catalizadores y adsorbentes. Además, realizaron modificaciones a las FAZs mediante la adición de óxidos metálicos (CuO) para mejorar sus propiedades catalíticas y evaluaron su actividad en la oxidación total de compuestos orgánicos volátiles. También se investigaron la capacidad de las FAZs para retener CO₂, ya que sus características superficiales y la presencia de óxidos de hierro las hacen adecuadas para tecnologías de captura de carbono. Finalmente, depositaron películas delgadas de FAZs mediante cristalización in situ y evaluaron su sensibilidad óptica ante contaminantes gaseosos como la acetona. En resumen, concluyen que su estudio contribuye al desarrollo de soluciones tecnológicas innovadoras para la utilización eficiente y sostenible de FA en la economía circular y la producción de energía verde.

Joseph et al. (2020), comprobaron la eficacia de la capacidad de la zeolita del tipo FAU preparadas con base en cenizas volantes de carbón para la eliminación simultánea de iones de

Cd (II), Co (II), Cu (II), Pb (II) y Zn (II) en soluciones acuosas. Indican que la zeolita se sintetizó mediante fusión alcalina seguida de tratamiento hidrotermal, y se caracterizó mediante técnicas de XRD, XRF, SEM y N₂. Realizaron experimentos de adsorción para evaluar la eficacia de la zeolita en función de la concentración, el tiempo y la carga de adsorbente. Adicionalmente, encontraron que el proceso de adsorción siguió una cinética de pseudo segundo orden y una isoterma de adsorción de Langmuir, y que la difusión dentro de los poros afectó los pasos de control de velocidad y la transferencia de masa a través de las capas límite para el sistema adsorbato-adsorbente. Así mismo, verificaron que la eficacia de la zeolita para la adsorción de iones de metales quinarios disminuyó en el orden Pb (II) > Cu (II) > Cd (II) > Zn (II) > Co (II). De acuerdo a sus resultados obtenidos, concluyen que las zeolitas preparadas desde cenizas volantes de carbón tienen un gran potencial para la eliminación simultánea de múltiples iones de metales pesados en soluciones acuosas.

He et al. (2020), sintetizaron una nueva zeolita del tipo A altamente eficiente como adsorbente de iones Ni²⁺. Lo importante del trabajo fue que se utilizó ceniza de carbón residual como materia prima para la síntesis, la cual se produce en las centrales eléctricas locales. Afirman que la zeolita tipo A puede eliminar hasta el 94 % de Ni²⁺ de las aguas residuales, y realizaron estudios sistemáticos para caracterizar sus propiedades físicas y el efecto del ambiente externo en su capacidad de adsorción. Los resultados muestran que el modelo cinético pseudo secundario y el modelo isotérmico de Langmuir son mejores para evaluar el rendimiento cinético y la capacidad de adsorción de equilibrio isotérmico. Como conclusión final afirman que el uso de las cenizas volantes de carbón para fabricar zeolita adsorbente no solo es altamente eficiente, sino que también permite el reciclaje de aguas residuales, lo que tiene un significado práctico potencial.

Alterari y Marei (2020), hacen mención sobre las cenizas volantes (FA), las que se producen al quemar carbón en centrales eléctricas, y que se utilizan en la fabricación de

hormigón, ladrillos y pavimentos. Indican que es importante conocer su composición química y contenido de metales tóxicos para evaluar su impacto ambiental. En su investigación se enfocó en evaluar el efecto de purificar las cenizas volantes sobre su actividad antibacteriana contra *Escherichia coli* y *Bacillus cereus*, y en comparar las propiedades de los ácidos grasos crudos y purificados mediante varias técnicas de análisis. Determino el tamaño de partícula mediante SEM, dispersión láser dinámica y BET. Según los resultados obtenidos, afirma que los ácidos grasos purificados tienen mayor contenido de carbono que los crudos, y que las cenizas volantes purificadas tienen mayor actividad antibacteriana que las sin purificar.

Miricioiu y Niculescu (2020), aseveran que se necesita encontrar formas ecológicas para utilizar las cenizas volantes y reducir la dependencia del carbón. Para ello, señalan que es importante identificar las propiedades de las cenizas volantes y consideran su potencial como insumo en la producción de materiales valiosos. Describen las características de las cenizas volantes de varias centrales eléctricas en todo el mundo, donde se quemó lignito y hulla en calderas de combustible pulverizado (PC) y calderas de lecho fluidizado circulante (CFB). Indican que, debido a su alto contenido de sílice, las cenizas volantes pueden ser consideradas como una materia prima potencial para la síntesis de materiales nanoporosos, como las zeolitas o la sílice mesoporosa. Así mismo, señalan que las muestras con mayor contenido de SiO_2 se pueden utilizar para obtener materiales de sílice mesoporosos, como MCM-41 o SBA-15, los cuales pueden ser útiles para capturar CO_2 de las emisiones o tratar aguas residuales. Finalmente afirman que, la síntesis de materiales porosos a partir de residuos permitiría un alto nivel de reciclaje y una sociedad sostenible con bajo impacto ambiental.

Yaday et al. (2020), aseveran que las cenizas volantes son contaminantes peligrosos en todo el mundo, y cómo los estanques de cenizas volantes son los principales lugares de contaminación, es ahí donde se eliminan alrededor de un millón de toneladas cada año. Señalan que las cenizas volantes consisten principalmente de silicatos, aluminatos y sustancias ferrosas,

siendo los aluminatos y silicatos los componentes más importantes, compuestos por mullitas y silimanitas cristalinas. Para recuperar estos elementos principales y la mullita, los autores han desarrollado un método novedoso y simple que utiliza ácido fluorhídrico a temperatura ambiente. El método consistió en tratar a las cenizas volantes con ácido fluorhídrico diluido durante 12 horas con agitación. Como resultado de la investigación, recuperaron polvo de mullita de color blanco con forma de barra y tamaño de 90-300 nm, que fue confirmado mediante instrumentos analítico de última generación.

Valeey et al. (2019), afirman que los depósitos de cenizas volantes que resultan de la quema y gasificación del carbón son una amenaza continua para el entorno debido a diversos factores que pueden contaminar el aire, el agua y el suelo, así como afectar a la fauna. Además, señalan que estas cenizas pueden contener elementos valiosos que no se aprovechan y se pierden. Para abordar este problema, en su trabajo de investigación han desarrollado un proceso de tratamiento de cenizas que consta de tres fases: 1) separación magnética para obtener hierro, 2) flotación para separar el carbono, y 3) lixiviación con ácido clorhídrico para extraer el aluminio. Presentan resultados de una prueba de este proceso con cenizas volantes de lignito Ekibastuz de una central eléctrica en Omsk, Rusia. Sus resultados indican que la fracción magnética contiene más del 20 % de magnetita, la concentración de carbono después de la flotación aumenta al 27 %, y el 90-95 % del aluminio, que se puede extraer durante la lixiviación con ácido clorhídrico en autoclave. Encontraron que la temperatura y el tiempo de exposición óptimos, logran la máxima eficiencia en la extracción de aluminio. Sin embargo, mediante el análisis SEM demostraron que una extracción aún mayor no es rentable debido a que el aluminio restante se encuentra uniformemente rodeado de SiO_2 en las partículas de las cenizas volantes.

Carreño et al. (2019), señalan que las cenizas volantes (CV) producidas por la empresa Termotasajero S.A.S, en la quema de carbón, producen un efecto ambiental negativo en el aire,

agua, suelo y los sistemas naturales. Así mismo, afirman que estas cenizas contienen altos niveles de Si y Al, lo que las hace ideales para producir zeolitas de alta pureza. Para ello, utilizaron las cenizas volantes que tamizaron y lixiviaron, y el método de hidrogel en activación alcalina de NaOH-2M y KOH-5M para sintetizar zeolitas sódicas y potásicas. Las zeolitas resultantes la identificaron como natrosilita y K-F por medio del análisis por difracción de rayos X. Determinaron que el producto final consiste en microcristales irregulares con granulometría menores a 12 micrómetros (μm), que se caracteriza por la presencia de Si, Al, O, Na, K, Ca, Fe, y en cantidades menores Ti y Mg. En los análisis de Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) demostraron que las zeolitas activadas con NaOH tienen una capacidad de sustitución catiónica mayor (141 meq/100g) que las de KOH (111,7 meq/100g).

Yang et al. (2019), obtuvieron zeolita 4A pura utilizando cenizas volantes a través del método hidrotermal. Investigaron el efecto del hidróxido de sodio (NaOH) y/o carbonato de sodio (Na_2CO_3) en la activación de las cenizas volantes, así como la eficiencia de eliminación de Cu^{2+} en solución acuosa por la zeolita sintetizada. Emplearon diversas técnicas in situ como difracción de rayos X (XRD), análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido (TGDCS), microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (SEM-EDX); y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) para estudiar el proceso de formación de la zeolita a partir de cenizas volantes. Analizaron los factores influyentes importantes del consumo de energía y agua mediante pruebas ortogonales, y las mejores condiciones para la síntesis verde mediante pruebas por lotes. Identificaron que la proporción de la mezcla alcalina es un factor importante para la síntesis verde. Determinaron que la tasa de eliminación de Cu^{2+} de la solución y la capacidad de adsorción de la zeolita sintetizada fueron altas. Concluyen que la eficiencia de eliminación de Cu^{2+} se mantiene en un nivel aceptable después de cuatro ciclos de reutilización.

Liu et al. (2019), en su trabajo sintetizaron zeolita P mediante el método hidrotermal utilizando ceniza volante de la Clase C (FA). En la caracterización de sus muestras, utilizaron técnicas de análisis como difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido (SEM) y Brunauer-Emmett-Taller (BET). Llevaron a cabo el estudio experimental detallando la cinética y termodinámica de eliminación de iones de cobre y níquel mediante las muestras de zeolita. Sus resultados demostraron que el proceso de eliminación de iones de cobre se ajusta al modelo de saturación de segundo orden de intercambio (SESSM), mientras que, para los iones de níquel, el modelo cinético empírico de primer orden (FEKM) es el más adecuado. Utilizaron las isothermas de Langmuir y Freundlich para ajustar la concentración de equilibrio de Cu (II) o Ni (II) bajo ciertas condiciones. La investigación concluye, de que el modelo de Langmuir se ajusta bien a la concentración de equilibrio experimental tanto para iones de cobre y níquel, y que la capacidad teórica de eliminación de Cu (II) y Ni (II) es de 138,1 mg/g y 77,0 mg/g, respectivamente.

Wulandari et al. (2019), lograron sintetizar zeolita del tipo A a partir de cenizas volantes de carbón mediante un proceso de fusión, seguido de un método hidrotermal. En sus resultados detallan la caracterización de la zeolita A y examinaron los efectos del tiempo hidrotermal, la relación molar Si/Al y la alcalinidad en la conversión de las cenizas volantes de carbón en zeolita A. Las cenizas volantes de carbón lo obtuvieron de una central eléctrica en East Java, Indonesia, y contenían importantes óxidos como SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ y CaO. En el proceso de síntesis incluyeron: pretratamiento, fusión de cenizas volantes de carbón con hidróxido de sodio, envejecimiento y proceso hidrotermal. El material sintetizado lo caracterizaron mediante difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopia infrarroja por transformado de Fourier (FTIR) y el análisis de área de superficie específica. Sus resultados indicaron que los productos contenían zeolita A como fase principal, y que la superficie específica más alta de zeolita A fue de 37,121 m²/g. Concluyen señalando que la

zeolita A, es un producto de mayor valor agregado, se puede obtener a partir de residuos sólidos (subproductos de plantas de energía), y tienen diversas aplicaciones, como el intercambio iónico y la remediación de aguas residuales contaminadas con metales pesados.

Iqbal et al. (2019), señalan que el propósito de su investigación fue producir zeolita 4A en su fase pura a partir de las cenizas volantes de carbón generadas en una central eléctrica en Pakistán. De acuerdo a los análisis de las cenizas volantes, demostraron que podían utilizarse para producir zeolitas bajo en silicato, en particular la zeolita 4A, debido a su relación molar Si/Al de aproximadamente 2. La adición de tiempo de inducción al extracto de cenizas volantes de la especie Si-Al-Na antes y después de la cristalización catalizó la formación controlada de una sola fase con alta cristalinidad y tamaño de cristalito pequeño. Llevaron a cabo diversas técnicas analíticas para justificar el proceso de síntesis propuesto en comparación con la zeolita 4A comercial. Por análisis de difracción de rayos X confirmaron que la zeolita de síntesis tenía una sola fase cristalográfica con alta cristalinidad y tamaño de cristalito pequeño. Según los espectros FTIR revelaron que la zeolita sintética y la de referencia tenían unidades estructurales idénticas. En cuanto al análisis SEM mostraron que la zeolita de síntesis tenía una forma cúbica bien definida de cristales. El resultado de análisis BET determinó que la zeolita sintetizada tenía una superficie de 122 m²/g, que es tres veces mayor que la zeolita de referencia de 36,3 m²/g. Además, indicaron que la zeolita sintetizada tenía un tamaño de partícula más pequeño que la zeolita de referencia. Finalmente, determinaron que ambas zeolitas eran estables a 800 °C.

Ren et al. (2018), investigaron la posibilidad de crear productos valiosos a partir de las cenizas volantes de carbón (CFA) a través de la zeolitización. Lograron sintetizar con éxito la zeolita A monofásica de alta cristalinidad utilizando el método hidrotermal de fusión alcalina. En la caracterización de las zeolitas sintetizadas, utilizaron técnicas como difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, fluorescencia de rayos X, espectroscopia infrarroja,

fisisorción de N_2 y espectros de resonancia magnético nuclear (RMN) del estado sólido. Sus resultados indicaron que las condiciones y parámetros de síntesis afectan la pureza y el tipo de zeolita obtenida. Lograron obtener una forma cúbica bien definida de zeolita A con un área de superficie específica de $43,7 \text{ m}^2/\text{g}$ a una temperatura baja de $75 \text{ }^\circ\text{C}$ durante un tratamiento hidrotermal de 18 h. Los ensayos de prueba de capacidad de cambio catiónico de amonio mostraron que la zeolita A preparada tenía un valor impresionante de $232,2 \text{ mmol } 100 \text{ g}^{-1}$, aproximadamente 22 veces mayor que la CFA original y cercana a la zeolita A comercial. Según los hallazgos encontrados concluyen que la zeolitización de CFA puede ser una alternativa viable para obtener productos de alto valor a partir de este residuo peligroso.

Tauanov et al. (2018), señalan que la producción y venta de zeolitas sintéticas ha mejorado significativamente debido a la optimización de sus procesos de producción y que la mejor ruta de producción actual implica el tratamiento hidrotermal de cenizas volantes de carbón en una solución alcalina fuerte. Así mismo, indican que la conversión de las cenizas volantes en zeolitas se ve afectada por varios parámetros, como la temperatura, el tiempo, la concentración de solución alcalina y el contenido de sílice en las cenizas volantes. En su investigación realizada, llevaron a cabo experimentos con cenizas volantes de Kazajstán y obtuvieron una conversión del 78 % utilizando NaOH 3 M a $110 \text{ }^\circ\text{C}$. Además, desarrollaron un modelo de conversión utilizando un sistema difuso Takagi-Sugeno de orden cero para analizar cómo los diferentes parámetros de proceso afectan la conversión y los mecanismos de reacción en la formación de la zeolita. Dicho modelo se ajustó utilizando datos de la literatura y experimentales, y se observaron que predecía con precisión el rendimiento de zeolita para un conjunto dado de parámetros de reacción. La investigación concluye que, se optimizó aún más obteniendo una desviación promedio entre las predicciones del modelo y los valores experimentales para el rendimiento de zeolita en menos del 5 %.

Sivalingam y Sen (2018), investigación la obtención de la zeolita X microporosa (mZX), a partir de cenizas volantes de carbón indio (CFA) utilizando un método hidrotermal modificado. Emplearon el diseño experimental de Box-Behnken para optimizar los parámetros de síntesis, incluyendo la relación NaOH/CFA, temperatura y tiempo de cristalización, para lograr una alta cristalinidad y rendimiento de mZX. Los materiales obtenidos se caracterizaron utilizando diversas técnicas, como difracción de rayos X (XRD), microscopia electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM), microscopia electrónica de transmisión (TEM), fluorescencia de rayos X (XRF), método para determinación de área superficial (BET), espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico con análisis térmico diferencial TGA-DTA. Sus resultados mostraron que los patrones XRD de la zeolita sintetizada coinciden con los de la zeolita X comercial utilizando una relación NaOH/CFA de 1,25, temperatura de cristalización de 100 °C y tiempo de cristalización de 10 h. Además, se observaron que la mZX tiene un tamaño de poro medio de 9,048 Å, una superficie específica total de 648,42 m²/g, un área de microporos de 578,64 m²/g, un volumen de microporos de 0,218 cm³/g y un tamaño de cristal promedio de 22,55 nm. Al final de la investigación concluyen que, la zeolita mZX presenta una mayor adsorción de Crystal Violet en comparación con CFA y zeolita X comercial.

Feng et al. (2018), afirman que transformar las cenizas volantes en zeolita es una opción alternativa para disminuir la cantidad de desechos en los vertederos y generar productos valiosos. No obstante, también indican que la producción de zeolitas a partir de cenizas volantes en medios alcalinos puede provocar la liberación de metales pesados tóxicos, lo cual podría causar contaminación ambiental. Así mismo señalan que hay pocos estudios sistemáticos sobre este tema y aún no se comprende completamente la movilidad de los metales pesados en las zeolitas derivadas de las cenizas volantes. Frente a ello, investigaron la migración de los metales pesados y su distribución desde las cenizas volantes hasta las zeolitas

y las aguas residuales durante la síntesis de zeolitas tipo A de alta calidad. Encontraron que los elementos mayoritarios (aluminio y silicio) tuvieron una conversión alta (98,2 % y 96,5 %, respectivamente), sin residuos sólidos secundarios. Encontraron que los elementos metaloides, como el arsénico y el selenio, y aquellos con fuertes propiedades anfóteras, como el molibdeno, fueron altamente móviles y que estas se encontraron principalmente en las aguas residuales. Por otro lado, encontraron que menos del 20 % de los metales pesados presentan naturaleza anfótera débil, como el cobre, el cromo y el plomo de las cenizas volantes, las que se encontraron en las aguas residuales; el resto, junto con casi todo el cadmio, el hierro y el níquel, se fijaron en las zeolitas del producto. A pesar de la presencia de metales pesados en las zeolitas, no encontraron una lixiviación significativa en varias condiciones de pH, por lo que consideran seguro para su aplicación, concluyen que se demostró la eliminación efectiva de trazas de cationes de estroncio y cesio del agua contaminada utilizando este tipo de zeolita.

Según Ortiz Medina et al. (2018), tuvieron como propósito estudiar y examinar la habilidad de un adsorbente comercial suministrado por una empresa ladrillera situada en el municipio de Cogua, Cundinamarca, para adsorber plomo en disolución acuosa mediante pruebas batch. Evaluaron el efecto de la concentración inicial del soluto y el pH en la disolución acuosa en la captación de sustancias contaminantes mediante adsorción para determinar su efecto sobre la efectividad del proceso de remediación, expresado en fracción porcentual de eliminación de plomo y poder de adsorción del material. Encontraron que la capacidad adsorbente alcanza su valor máximo de 65,74 mg/g cuando el valor de pH inicial es de 4,79 y la concentración de plomo es de 200 mg/L. Además, determinaron que la fracción porcentual máximo de eliminación de plomo fue de 73,8 % bajo estas mismas condiciones. Aunque se observaron que el pH afectó el porcentaje de eliminación de plomo, no afectó la capacidad de adsorción del material estudiado. Finalmente, concluyen que el modelo de cinética de pseudo

segundo orden es el adecuado para describir la cinética de adsorción de plomo en la muestra de material y que el coeficiente cinético fue de 0,00396 g mg/min.

Abbas et al. (2017), desarrollaron una investigación enfocándose en la producción de ladrillos utilizando cenizas volantes, que son un subproducto del carbón, y materiales de tierra convencionales. La adición de materiales reciclados a los ladrillos puede reducir la huella de carbono y disminuir el consumo de material arcilloso. Encontraron que la resistencia a la compresión de los ladrillos que incorporaron hasta un 20 % de cenizas volantes fue menor que la de los ladrillos de arcilla sin cenizas volantes, pero todavía cumplió con los requisitos mínimos del Código de Construcción de Pakistán. Además, observaron una reducción de peso y menos eflorescencia en los ladrillos que incorporaron cenizas volantes. Concluyen que, la fabricación de ladrillos de arcilla que utilizan cenizas volantes puede ser una solución sostenible y económica para reducir la carga ambiental y producir materiales de construcción más livianos y eficientes.

Los autores Kunecki et al. (2017), evaluaron la posibilidad de utilizar cenizas volantes de la Clase C para sintetizar materiales de zeolita Tipo X y Tipo A. Realizaron síntesis para obtener zeolitas bien formadas, utilizaron diferentes variables como la relación de NaOH a cenizas volantes, agua, filtrado y la cantidad de papel de aluminio agregado. Según resultados de sus análisis, mostraron que las tres reacciones más eficaces para obtener zeolitas (Muestras 21-23) ocurrieron con una proporción de NaOH/cenizas volantes de 1,6;2,0 y 1,25, respectivamente, con temperatura de fusión de 550 °C, tiempo de fusión de 1 h y tiempo de reacción de 4 h, entre otras variables. Las zeolitas obtenidas lo analizaron mineralógicamente y químicamente, y encontraron que tenían una estructura Tipo A (muestras 21-22) y Tipo X (muestra 23). Además, observaron granos bien formados con características isométricas y cúbicas, y los parámetros de celda unitaria calculados de las zeolitas obtenidas indicaron un sistema de cristal cúbico. Encontraron que la relación de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ en cada uno de los tres

materiales de zeolita ensayados fueron de 2,16;1,98 y 2,41, y el área de superficie específica osciló entre 104 y 256 m²/g. Finalmente concluyen que, las cenizas volantes de la Clase C también pueden ser utilizadas como sustrato para la síntesis de materiales de zeolita Tipo X y A, al igual que las cenizas volantes Clase F.

Fukasawa et al. (2017), indican que en Japón la cantidad de cenizas volantes generadas por la incineración de biomasa en las centrales eléctricas ha aumentado significativamente debido a la política gubernamental de tarifas de alimentación. La eliminación de estas cenizas puede ser costosa, por lo que proponen en su investigación un nuevo uso para este subproducto: la síntesis de zeolitas de tipo potasio (zeolitas K) mediante la hidrólisis de las cenizas volantes de carbón y las cenizas de incineración de biomasa. Dado que las cenizas de biomasa contienen altas concentraciones de potasio, para ello usaron la solución extraída de estas cenizas como sustituto de la solución de KOH que se utiliza normalmente en la producción de zeolitas K a partir de cenizas volantes de carbón. Lograron con éxito sintetizar zeolita K que contenía fases de phillipsita y chabazita. Además, demostraron que la capacidad de adsorción de la zeolita K sintetizada para NH₄⁺ era comparable a la de la zeolita K sintetizada solo con KOH. Finalmente confirmaron, que la zeolita K preparada tenía una mayor selectividad de adsorción de cesio en comparación con las zeolitas de tipo sodio que se producen comúnmente en la industria.

Liu et al. (2017), obtuvieron un material adsorbente granular que incluía hierro de valencia cero (ZVI-GAM) utilizando cenizas volantes como material de soporte, bentonita como agente aglutinante y Enteromorpha prolifera como formador de poros. La síntesis del hierro cerovalente lo llevaron a cabo mediante la reducción directa de los relaves del mineral de hierro a 900 °C en una atmósfera anóxica, utilizando coque como reductor. Utilizaron diversas técnicas de análisis, como SEM/EDX, XRD, FTIR y BET, para caracterizar el ZVI-GAM, y se descubrieron que la superficie de ZVI-GAM contenía los grupos necesarios para la adsorción de metales pesados. Determinaron que la capacidad máxima de eliminación de Pb

(II) y Cr (VI) por ZVI-GAM resultó ser de 78,13 mg/g y 15,70 mg/g, respectivamente, y descubrieron que tenía una excelente capacidad de adsorción y reducción de Cr (VI) y Pb (II), pudiendo reducir Cr (VI) a Cr (III) y Pb (II) a Pb (0). Concluyen que el ZVI-GAM es un material reciclable, efectivo y de bajo costo, y que tiene un gran potencial como método eficaz para la eliminación de contaminantes metálicos, tras estudiar los factores que afectaban la eliminación de iones Pb (II) y Cr (VI) por ZVI-GAM en un modelo por lotes, como las concentraciones iniciales de metales pesados, el tiempo de contacto, la dosis de adsorbente, los valores de pH y la temperatura.

Xiyili et al. (2017), demostraron que las cenizas volantes pueden ser utilizadas como adsorbentes para la eliminación de metales pesados como Cu^{+2} , Mn^{+2} , Ni^{+2} , Pb^{+2} y Zn^{+2} de soluciones acuosas. Utilizaron la activación mecánica para aumentar la actividad superficial y así mejoraron la capacidad de adsorción de las cenizas volantes. Evaluaron los parámetros del proceso mediante el método de superficie de respuesta (RSM) y determinaron que el modelo cuadrático explica el mecanismo de adsorción. Encontraron que las cenizas volantes activadas muestran una mayor capacidad de remoción de metales pesados que las cenizas volantes crudas, con una remoción del 96 %. Un modelo cinético de pseudo-segundo orden se ajustó bien a los datos de adsorción, y la isoterma de Langmuir se ajustó bien a las adsorciones de iones de metales pesados. Los parámetros termodinámicos indicaron que el proceso de adsorción es adecuado, espontáneo y endotérmico. La activación mecánica también demostró disminuir el tamaño de las partículas, aumentar la rugosidad de la superficie y producir partículas aglomeradas, como se demostró mediante técnicas XRD y SEM. Concluyen que las cenizas volantes activadas pueden representar una alternativa económica y efectiva para la eliminación de metales pesados de solventes acuosos.

Cardoso et al. (2015), emplearon cenizas volantes de carbón de origen brasileño para producir zeolitas 4A y Na-P1 mediante dos métodos diferentes y en condiciones moderadas.

Ambos métodos dieron como resultado zeolitas con una conversión superior al 50 %, alta capacidad de intercambio catiónico (CIC) y pureza (82 % para la zeolita 4A y de 57-61 % para la zeolita Na-P1). El método 1 generó menos efluente por masa de zeolita producida y mantuvo una alta cantidad de silicio disponible en las cenizas volantes de carbón, mientras que el método 2 solo utilizó el 55 %. La zeolita 4A sintética fue más efectiva como coadyuvante en detergentes que la zeolita comercial utilizada como referencia. Además, encontraron que la zeolita Na-P1 se puede utilizar para tratar aguas residuales porcinas y remover hasta 31 mg/g de nitrógeno amoniacal total.

1.5 Justificación de la Investigación

La industria del cocido de ladrillos en la región de Ayacucho al utilizar carbón mineral y leña como fuente de energía, genera cenizas volantes y de fondo, las que comúnmente son acumuladas en espacios que tienen las ladrilleras, eliminadas en vertederos o llevados a algún relleno sanitario. Las cenizas volantes se caracterizan por tener tamaño de partícula muy pequeño, fácilmente se encuentran suspendidos en el aire, por lo que la población de la localidad de Compañía y aledaños lo respira con suma facilidad, que a futuro implicaría riesgos de problemas respiratorios y visuales; por ello es necesario controlar y disminuir la contaminación del aire y suelo en la región de Ayacucho, en especial por el efecto de las cenizas volantes producidas por la industria de la cocción de ladrillos. Por lo mencionado, es de suma importancia que la industria de la cocción de ladrillos reaproveche este tipo de material contaminante, incorporando metodologías de uso y aplicación para el cumplimiento del objetivo 12 de Desarrollo Sostenible concerniente a la producción y consumo responsable en la región; y el fortalecimiento de la economía circular en este rubro.

En la presente investigación se determinará las condiciones de operación favorables para la obtención de un material adsorbente, a partir de las cenizas, cuyo impacto positivo tendrá como efecto la propuesta de este material para ser reutilizado previa modificación

química, como material adsorbente alternativo para remover iones Cd (II) y otros metales, de esta manera la industria ladrillera se beneficia en el uso y aplicación de este material sólido considerado como contaminante peligroso.

Los resultados de la investigación se publicarán en revistas dentro del ámbito del medio ambiente y desarrollo sostenible relacionados a contaminación ambiental, a los académicos relacionados a esta área de investigación, al ministerio de energía y minas de la región, y a la asociación de productores de ladrillos de Compañía en la región de Ayacucho.

1.6 Limitaciones de la Investigación

En el estudio, en la etapa de evaluación de la capacidad de remoción de las cenizas volantes modificadas se utilizó solución sintética, preparadas en el laboratorio de 110 ppm de concentración inicial de iones Cd (II), el cual podría ser considerado como una posible limitación al no poder utilizar muestras de efluentes líquidas que contienen iones Cd (II).

1.7 Objetivos de la Investigación

1.7.1 Objetivo general

- Determinar las condiciones de operación favorable en la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria de cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II).

1.7.2 Objetivos específicos

- Caracterizar la ceniza volante inicial de la industria del cocido de ladrillo mediante la composición mineralógica y área superficial.
- Determinar las condiciones de operación favorable del tratamiento de las cenizas volantes con NaOH a diversas concentraciones y tiempos de agitación para la modificación del área superficial y mejoramiento de su capacidad de adsorción.

- Analizar el nivel de influencia de la concentración de NaOH y tiempo de agitación en la modificación del área superficial de las cenizas volantes.
- Determinar las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas.
- Analizar el nivel de influencia de tiempo y la velocidad de agitación en la remoción de Cd (II) usando cenizas volantes modificadas.

1.8 Hipótesis

1.8.1 Hipótesis general

- Son las condiciones de operación favorables que permiten la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II).

1.8.2 Hipótesis específicas

- La composición mineralógica y área superficial permite la caracterización inicial de la ceniza volante de la industria del cocido de ladrillo.
- Las condiciones de operación favorable del tratamiento con NaOH a diversas concentraciones y tiempos de agitación de las cenizas volantes permiten la modificación del área superficial para mejorar la capacidad de adsorción.
- El análisis de la concentración de NaOH y tiempo de agitación nos permite conocer la influencia en la modificación del área superficial de las cenizas volantes.
- Usando cenizas volantes modificadas las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación, permite un alto grado en la remoción de iones Cd (II).
- El análisis del tiempo y la velocidad de agitación nos permite conocer la influencia en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas.

II. MARCO TEÓRICO

2.1. Cenizas volantes

Con respecto a la definición de las cenizas volantes, la Norma Española (UNE-EN-450-2008), señala que:

Las cenizas volantes son un tipo de polvo fino compuesto principalmente de SiO_2 y Al_2O_3 , que se origina por la combustión del carbón pulverizado, con o sin materiales de combustión. Estas cenizas son en su mayoría esféricas y cristalinas, con propiedades puzolánicas. En la composición total, las cenizas volantes representan el 80 %, mientras que el 20 % restante corresponde a cenizas de hogar o de fondo. En las centrales térmicas, se estima que la producción de cenizas volantes equivale al 30 % de la masa de carbón consumida.

2.1.1. *Propiedades físicas*

“Las cenizas volantes secas tienen una apariencia similar a la arena o polvo fino, con una finura comparable a la del cemento PORTLAND. Su tamaño de grano varía entre 0,2 y 200 micras, y su densidad es de alrededor de $0,89 \text{ g/cm}^3$, mientras que el peso específico de las partículas oscila entre 2,0 y $2,9 \text{ g/cm}^3$ ”. (Norma Técnica Española, UNE-EN-450, 2008)

2.1.2. *Propiedades químicas*

Referido a las propiedades químicas de las cenizas volantes, la Norma Técnica Española UNE-EN-450 (2008), indica lo siguiente:

La composición química de las cenizas volantes varía mucho según los componentes del carbón. Por lo general, contienen una proporción mayor de sílice (SiO_2), alúmina (Al_2O_3), óxidos de hierro (Fe_2O_3), cal (CaO) y carbón sin quemar, y una cantidad menor de magnesia (MgO), óxido de azufre (SO_3), alcalinos (Na_2O y K_2O), así como otros elementos en cantidades aún más bajas, como compuestos de titanio, vanadio, manganeso, fósforo, germanio y galio.

La Tabla 1 presenta los promedios de los porcentajes de los compuestos químicos que se encuentran en las cenizas volantes con alto y bajo contenido de calcio.

Tabla 1

Compuestos en las cenizas con alto y bajo contenido de calcio

Compuesto	Cenizas con alto contenido de calcio (%)	Cenizas con bajo contenido de calcio (%)
SiO ₂	34,1	42,6-59,8
Al ₂ O ₃	14,2	21,8-34,5
Fe ₂ O ₃	7,2	6,3-18,1
CaO	38,0	2,8-7,0
SO ₃	4,2	0,19-1,9
MgO	1,5	1,2-2,6
K ₂ O	1,4	0,38-6,0
Na ₂ O	0,44	0,15-0,94
Sílice reactiva	30,9	0,94
Cal libres	17,1	Inapreciable
Carbono total	0,34	0,27-3,9

Nota: Clasificación establecida por la Norma Técnica UNE-EN 450-1:2006+A1:2008

Las cenizas volantes están compuestas por varios tipos de minerales. “Los componentes minerales más comunes encontrados en las cenizas volantes incluyen mullita (3Al₂O₃.2SiO₂), cuarzo (SiO₂), magnetita (Fe₃O₄), hematites (Fe₂O₃), wustita (FeO), goethita (FeO-OH), pirita (FeS₂), calcita (CaCO₃), anhidrita (CaSO₄), periclase (MgO) y óxido de calcio libre (CaO)” (Norma Técnica Española, UNE-EN-450, 2008).

2.2. Adsorción

“La adsorción es el proceso de enriquecimiento de un fluido (gas o líquido) en uno o más componentes en la interfaz entre dos fases en un sólido. La absorción ocurre cuando el gas se introduce en el sólido, mientras que la adsorción ocurre cuando el gas se adhiere a la superficie del sólido”. (Rodríguez, 2010). Adicionalmente el mismo autor señala, que la interacción entre las moléculas y la superficie del sólido es mayor en la adsorción química (quimisorción), debido a las valencias libres del átomo en la superficie. La adsorción física (fisisorción) se produce debido a las fuerzas intermoleculares de Van der Waals, incluyendo la atracción electrostática y dipolar inducida. En la adsorción física, la molécula no se altera significativamente. Ambos tipos de adsorción se utilizan para eliminar compuestos orgánicos y metales de medios acuosos contaminantes. La atención industrial se centra en la síntesis y el desarrollo de materiales adsorbentes de bajo costo con propiedades texturales adecuadas para su uso en el medio ambiente.

2.2.1. *Isotermas de adsorción*

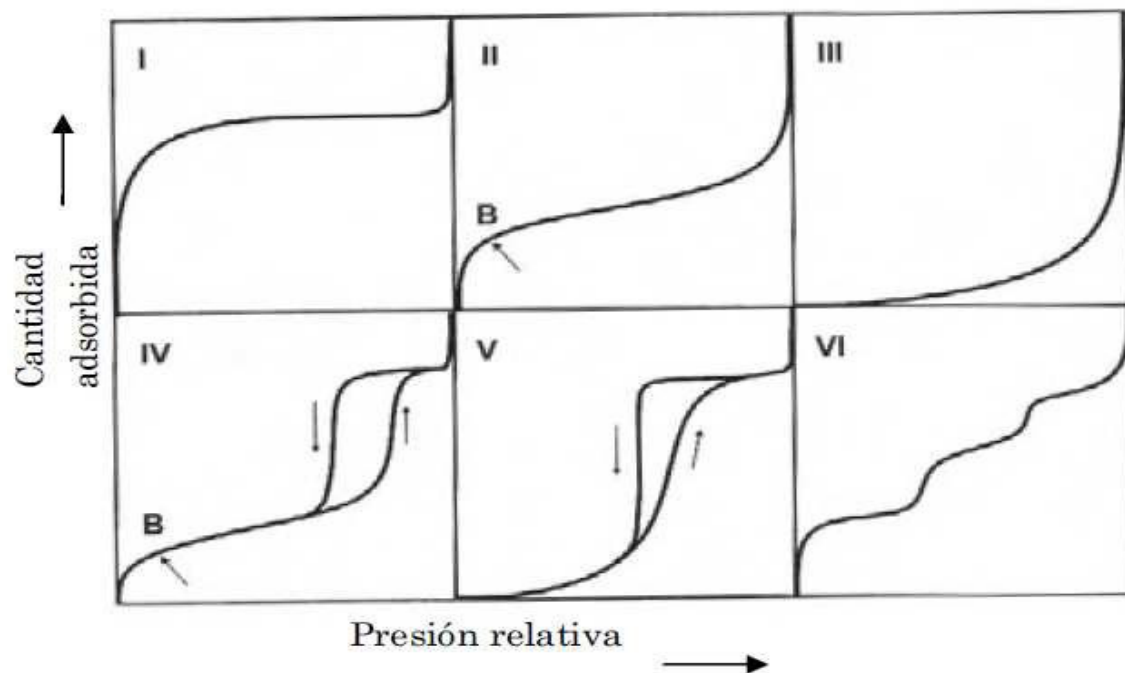
Según Rodríguez (2010), al exponer gas a la superficie de un sólido limpio, parte del gas se adhiere a la superficie mientras que el resto no se adhiere. La relación entre la cantidad de gas adsorbida y la presión en el equilibrio se conoce como isoterma de adsorción, y proporciona información valiosa sobre el área superficial y la porosidad de los sólidos, lo que refleja la interacción entre la superficie de las moléculas sólidas y de gas manteniendo la temperatura constante. Adicionalmente la “Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC)” clasifica el tamaño de los poros de acuerdo a:

- a) Microporos si las dimensiones son inferiores a 2 nm;
- b) Mesoporos si las dimensiones están entre 2 y 50 nm; y
- c) Macroporos si las dimensiones son superiores a 50 nm.

Hay seis tipos comunes de isothermas de adsorción, reconocidas y establecidas por la IUPAC, las que se visualizan en la figura 1.

Figura 1

Tipos más usuales de isothermas de adsorción según IUPAC



Fuente: Tomada de la publicación de Rodríguez (2010)

Con respecto a los tipos de isothermas clasificado por el IUPAC (1985), referenciado por Rodríguez (2010) menciona que:

El patrón I, describe una adsorción de monocapa, que se asocia generalmente con la adsorción física en sólidos microporosos como carbones activados y zeolitas. El patrón II, es característico de la adsorción en sólidos no porosos, donde se forma una monocapa (cerca del punto B) seguida de una multicapa cuyo grosor aumenta con la presión. El patrón III es poco común y se relaciona con una interacción muy débil entre el gas y el

sólido. El patrón IV está relacionado con el tipo II y muestra el ciclo de histéresis, lo que indica la presencia de mesoporos que se llenan por condensación capilar. El patrón V está relacionado con el patrón III de manera similar a como el patrón IV se relaciona con el patrón II. Finalmente, el patrón VI es raro y se encuentra en sólidos con una superficie energéticamente homogénea donde la adsorción tiene lugar capa por capa.

2.2.2. *Isoterma de Brunauer, Emmett y Teller (BET)*

En lo referente a la determinación de áreas superficiales de sólidos, Parra-Soto (2013) señala que:

La ecuación BET es comúnmente empleada en estudios de sólidos para calcular la superficie específica. Aunque no determina directamente la superficie, establece la cantidad de vapor requerida para cubrir una monocapa en la superficie del sólido. Conociendo la densidad del adsorbato, se puede calcular el área superficial. Esto basado en condiciones termodinámicas específicas que la limitan a un pequeño número de isothermas de adsorción, sin embargo, se utiliza ampliamente en todo tipo de isothermas y muestras sin considerar estas limitaciones. Hoy en día se utiliza como una herramienta comparativa y no para obtener valores absolutos. Por lo tanto, es aceptable utilizarla para determinar áreas específicas en materiales como carbones activados y zeolitas, que no cumplen con las limitaciones teóricas. La expresión en forma lineal simple de la isoterma BET es:

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m c} + \frac{c - 1}{V_m c} \cdot \frac{P}{P_0}$$

Donde:

- P = es la presión del gas.
- V = es el volumen de adsorción.

- V_m = es el volumen del gas requerido para formar una monocapa sobre la superficie.
- P_0 = es la presión de vapor del adsorbato.
- c = es una constante a una determinada temperatura.

2.3. Desarrollo Sostenible

En 1987, la Comisión Brundtland de las Naciones Unidas definió la sostenibilidad como lo que permite “satisfacer las necesidades del presente sin comprometer la habilidad de las futuras generaciones de satisfacer sus necesidades propias” (Nations United, 1987)

2.4. Contaminación con metales pesados

Según Palmers (2022), los metales pesados son elementos con pesos atómicos entre 63,5 y 200,6 y densidad superior a 5 g/m³, con propiedades relevantes como toxicidad, movilidad y densidad. Son utilizados en diversas actividades humanas y, debido a esto, llegan al medio ambiente en concentraciones moderadas o altas. Estos elementos son tóxicos, no biodegradables y bioacumulables, lo que les permite causar efectos graves en la salud humana y el medio ambiente, ya que son capaces de acumularse en los sedimentos, seres humanos y organismos vivos.

“La emisión de metales como cadmio, cobre, plomo, níquel y zinc en los ríos ha aumentado por el desarrollo industrial reciente. Estos elementos, no biodegradables, persistentes y acumulativos, representan un problema ambiental importante”. (Romano, 2020)

2.4.1. Contaminación con cadmio (II)

De acuerdo a Pérez y Azcona (2012), sobre la contaminación por cadmio:

El cadmio no es encontrado en la naturaleza como metal puro, sino que se encuentra comúnmente en la forma de óxidos complejos, sulfuros, y carbonatos que contienen zinc, plomo y menas de cobre. Es relativamente económico, ya que se obtiene como subproducto del procesamiento de metales más valiosos, como el cinc y el cobre.

Debido a sus propiedades electroquímicas y resistencia a la corrosión, el cadmio es utilizado en una amplia variedad de aplicaciones, tales como galvanoplastia, galvanostegia, galvanización, plásticos, pigmentos para tintes, pinturas, cerámicas y baterías de níquel y cadmio.

La fuente de exposición principal del cadmio en la población se da en la comida y en los cigarrillos. “La toxicidad del cadmio afecta principalmente los huesos y los riñones, y aquellas personas con bajos niveles de hierro son más susceptibles a los efectos perjudiciales” (Pérez & Azcona, 2012).

“El cadmio es un metal altamente tóxico y se encuentra comúnmente en la naturaleza, ligado a depósitos de zinc. Su movilidad depende de diversos factores ambientales. La principal fuente de emisión al medio ambiente son actividades industriales, minería, fabricación de fertilizantes y la incineración de residuos urbanos” (Sánchez & Casermeiro, 2016).

2.5. Difracción de rayos X

Según Skoog et al. (2008) señalan que “los rayos X son un tipo de radiación electromagnética de longitud de onda corta que se produce cuando los electrones de alta energía se desaceleran o cuando los electrones en los orbitales internos de los átomos hacen transiciones”. Por otro lado, también indica que la longitud de onda de los rayos X oscila en el rango de 10^{-5} Å y 100 Å, y la espectroscopia de rayos X se limita a la región de casi 0,1 Å a 25 Å. Para fines analíticos, los rayos X se obtienen de cuatro maneras: 1) bombardeando un blanco metálico con un haz de electrones de alta energía, 2) exponiendo una sustancia a un haz primario de rayos X para generar un haz secundario de fluorescencia de rayos X, 3) usando una fuente radiactiva que emite rayos X durante su proceso de desintegración y 4) a partir de una fuente de radiación sincrotrón.

Sobre el uso y aplicación de difracción de rayos X, Aparicio y Carbajal (2010), señalan que:

La técnica de difracción de rayos X (DRX) se emplea para analizar diversos materiales, incluyendo suelos, minerales, metales y materiales catalíticos. Su utilidad también se extiende al estudio de nanomateriales, ya que los picos del difractograma pueden revelar información sobre la estructura cristalina, composición y tamaño de grano del material. Estos picos corresponden a distancias entre familias de planos atómicos de dimensiones nanométricas.

2.6. Diseños experimentales

“El diseño de experimentos implica realizar pruebas para obtener datos que, al ser analizados estadísticamente, permitan responder interrogantes, aclarar incertidumbres, resolver problemas o lograr mejoras en un proceso” (Gutiérrez & De La Vara, 2012). Adicionalmente menciona qué: “en la industria, es común realizar experimentos para resolver problemas o validar ideas. Sin embargo, estos suelen ser improvisados y basados en ensayo-error, en lugar de acogerse a un plan establecido”. En razón a ello, el diseño estadístico experimental es una forma más efectiva de desarrollar pruebas en la industria.

Respecto al uso, análisis y diseño de experimentos, Gutiérrez y De La Vara (2012), señalan que:

En ciertos problemas comunes que requieren el uso de diseño y análisis de experimentos, las cuales son: comparar materiales para seleccionar el mejor, verificar la precisión de varios instrumentos de medición, identificar los factores que afectan las características del producto final, encontrar las condiciones óptimas de operación, reducir el tiempo de ciclo del proceso, hacer el proceso más robusto a las variables ambientales y respaldar el diseño de nuevos productos o procesos. También indica en términos generales que, para mejorar un proceso se pueden utilizar dos enfoques principales: uno pasivo, que implica monitorear y observar estadísticamente hasta encontrar señales útiles, y otro activo, que involucra realizar cambios deliberados en el

proceso para provocar dichas señales y obtener información valiosa a partir del análisis de los resultados experimentales. Este enfoque activo suele conducir a mejoras sustanciales en el proceso.

2.7. Diseños factoriales

“Es esencial en la investigación de los efectos de dos o más factores en una o varias variables de respuesta en procesos de manufactura o desarrollo tecnológico. Permite estudiar eficientemente las interacciones entre factores” (Castaño & Domínguez, 2010).

El propósito del uso del diseño factorial es analizar el impacto de múltiples factores en una o más variables de respuesta, cuando todos los factores son igualmente importantes. Un objetivo común del diseño factorial es encontrar la combinación óptima de niveles de factores que maximice el desempeño del proceso. (Gutiérrez & De La Vara, 2012)

2.7.1. Diseño factorial del tipo 3^2

“El diseño factorial de 3^2 tiene 9 tratamientos diferentes, que corresponden a las diversas formas de combinar dos factores con tres niveles cada uno. Los factores se llaman A y B, y sus niveles son bajo, medio y alto” (Gutiérrez & De La Vara, 2012). En la tabla 2 se describe los tratamientos experimentales según el diseño factorial 3^2 .

Tabla 2*Tratamientos experimentales según el diseño factorial 3²*

Tratamiento experimentales	A	B	A	B	A	B
1	b	b	-1	-1	0	0
2	m	b	0	-1	1	0
3	a	b	1	-1	2	0
4	b	m	-1	0	0	1
5	m	m	0	0	1	1
6	a	m	1	0	2	1
7	b	a	-1	1	0	2
8	m	a	0	1	1	2
9	a	a	1	1	2	2

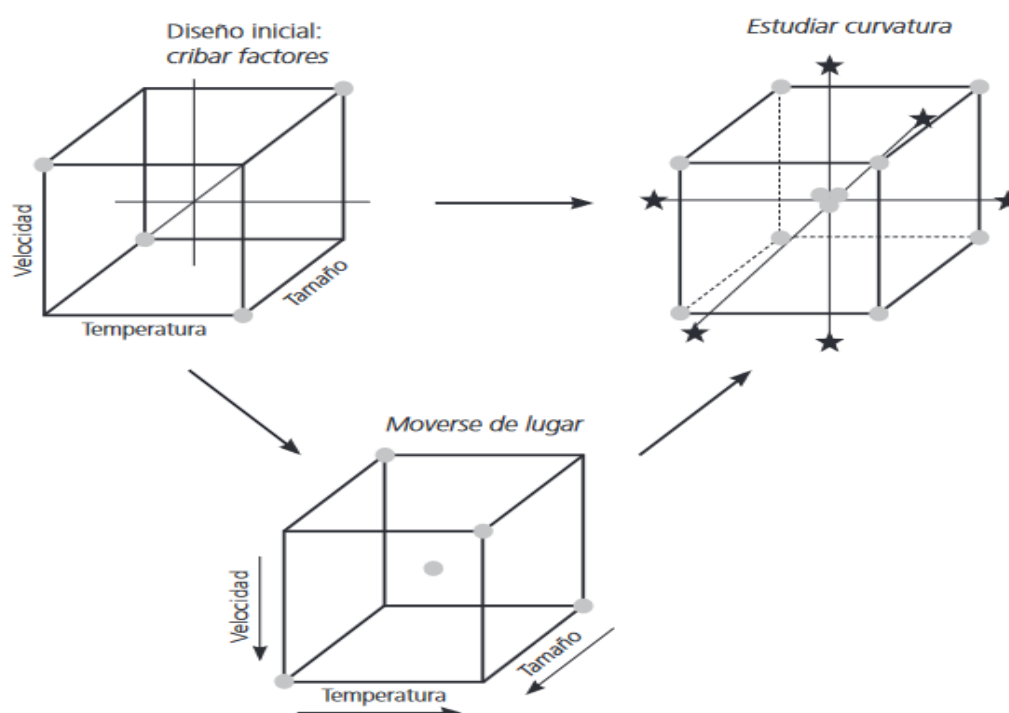
Nota. (b-bajo; m-medio y a-alto), adaptado por Gutiérrez & De la Vara, 2012, p. 211

2.8. Metodología de superficie respuesta (MSR)

Según Gutiérrez & De La Vara (2012) menciona que la MSR viene a ser una técnica experimental y de análisis que busca encontrar los parámetros óptimos de un proceso para obtener un producto de calidad. Si los experimentos iniciales no dan los resultados esperados, la MSR permite explorar nuevas regiones y ajustar la dirección de búsqueda para lograr las mejoras deseadas. En la figura 2 se visualiza las acciones básicas en la metodología de superficie respuesta, se observa que después de la primera etapa experimental, puede ser necesario desplazar el área experimental (movimiento desde un lugar) en una dirección adecuada o, en una forma más detallada del área experimental original. La forma de realizar ambas cosas son parte de la llamada metodología de superficie de respuesta¹ (MSR). (p. 345)

Figura 2

Acciones básicas en la metodología de superficie respuesta (MSR)



Nota. Tomado de Gutiérrez & De la Vara (2012)

III. MÉTODO

3.1. Tipo de Investigación

La investigación fue de tipo experimental con enfoque cuantitativo con intervención (manipulación de variables) y de nivel aplicativo. Según Hernández et al. (2014), sobre el enfoque cuantitativo señalan que: “es secuencial y probatorio, reflejando la necesidad de medir y estimar magnitudes de los fenómenos o problemas de investigación”. (p. 4)

Con respecto a la investigación aplicada, Sánchez et al. (2018) indican que: “es un tipo de investigación pragmática o utilitaria que aprovecha los conocimientos logrados por la investigación básica o teórica para el conocimiento y solución de problemas inmediatos. La investigación tecnológica es una forma de investigación aplicada” (p. 79)

3.2. Población y muestra

3.2.1. Población

Estuvo constituida por las cenizas de la combustión del carbón mineral de las ladrilleras localizadas en el anexo de Compañía del distrito de Pacaycasa, Huamanga-Ayacucho. En esta zona todos los hornos se caracterizan de utilizar el mismo método del cocido de ladrillos. En la tabla 3 se tiene las coordenadas UTM de la zona industrial del cocido de ladrillo, en la figura 3 se visualiza la fotografía de ubicación satelital de la zona industrial del cocido de ladrillos; así mismo, en la figura 4 se tiene la ubicación del Departamento de Ayacucho en referencia al mapa del Perú

3.2.2. Muestra

Se utilizó 2 kg de muestra de cenizas de una de las ladrilleras, dado que el proceso del cocido es el mismo en la zona industrial, para la modificación de la ceniza volante para cada ensayo se utilizó 25 g. En la evaluación de la remoción, se preparó 2 L de solución sintética de Cd (II) de 110 ppm de concentración inicial y con 200 mL de la solución para cada ensayo.

Tabla 3

Coordenadas UTM de la zona industrial del cocido de ladrillos, Compañía-Pacaycasa-Ayacacucho

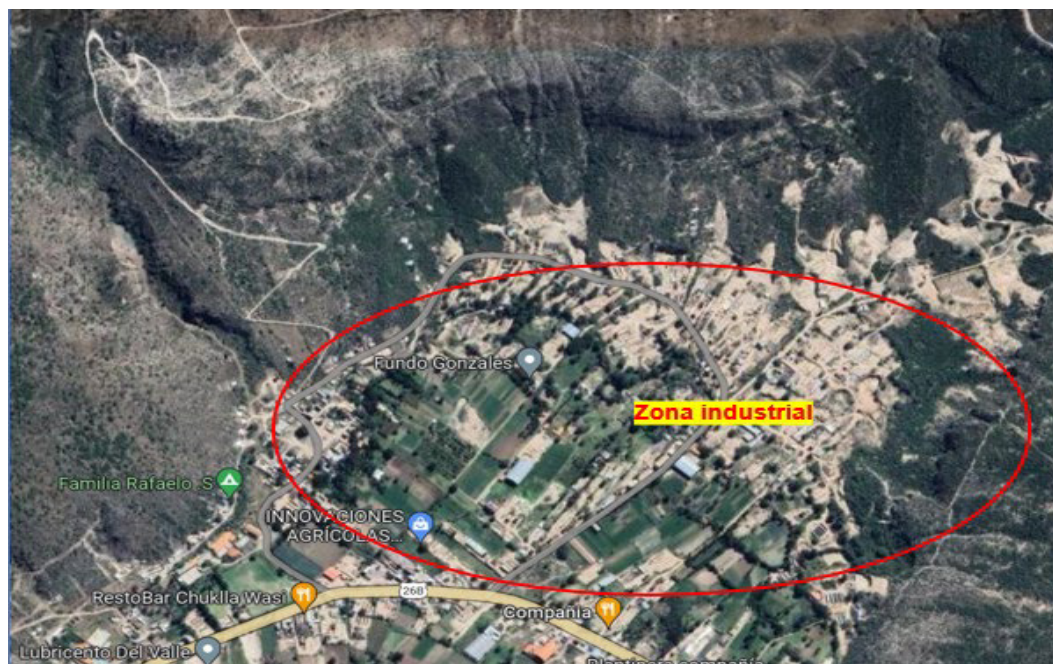
Vértices	Coordenada Norte	Coordenada Este
01	8555631,30	580774.61
02	8555631,30	581774,59
03	8554631,29	581774,59
04	8554631,29	580774,61

Fuente.

<https://www.google.com/maps/@-13.0664711,-74.2517003,1506m/data=!3m1!1e3?entry=ttu>

Figura 3

Ubicación de la zona industrial del cocido de ladrillos-Compañía-Pacaycasa-Ayacacucho

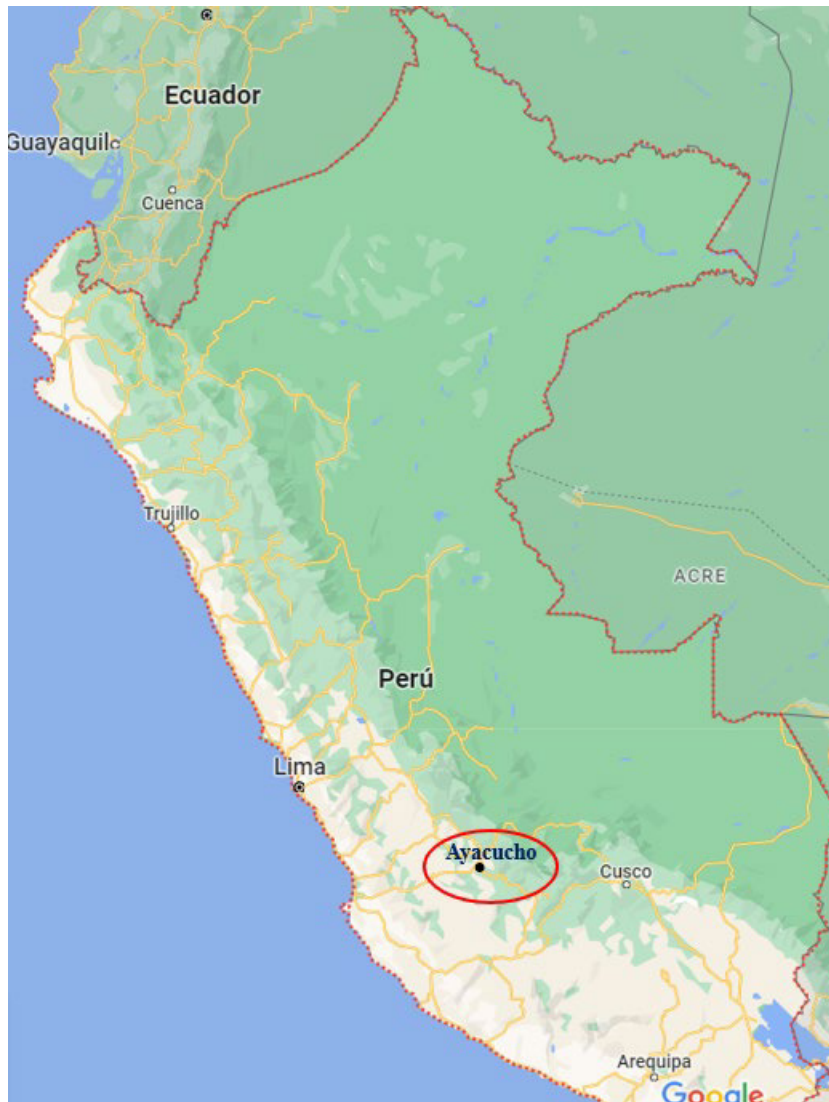


Fuente:

<https://www.google.com/maps/@-13.0664711,-74.2517003,1506m/data=!3m1!1e3?entry=ttu>

Figura 4

Ubicación de Departamento de Ayacucho en el mapa del Perú



Fuente:

<https://www.google.com.pe/maps/place/Per%C3%BA/@-8.1131653,-76.7553492,5.78z/data=!4m6!3m5!1s0x9105c850c05914f5:0xf29e011279210648!8m2!3d-9.189967!4d-75.015152!16zL20vMDE2d3p3?hl=es-419&entry=ttu>

3.3. Operacionalización de variables

La operacionalización de variable de la investigación se detalla esquemáticamente en la tabla 4.

Tabla 4

Operacionalización de variables

Variables	Definición conceptual	Definición operacional	Dimensiones	Indicadores	Escala
Independiente: Modificación de las cenizas volantes.	Las cenizas volantes; es un tipo de polvo fino compuesto principalmente de SiO ₂ y Al ₂ O ₃ , que se origina por la combustión del carbón pulverizado. (Norma Técnica Española, UNE-EN-450, 2008)	Se utiliza el equipo de Difracción de Rayos X para hallar la composición mineralógica.	Caracterización de la ceniza volante	Composición mineralógica	Minerales
		La medición del área superficial se determina en el equipo BET a través de un software estadístico.		Área superficial	m ² /g
		Las condiciones de modificación de la ceniza volante se determinan utilizando el diseño factorial del tipo 3 ² .	Condiciones de concentración de NaOH y tiempo de agitación para la modificación del área superficial de la ceniza volante.	Concentración de NaOH	Molaridad (M)
				Tiempo	Minutos (min)
		El nivel de influencia individual de concentración de NaOH y tiempo de agitación se determina por Metodología de Superficie Respuesta.	Niveles de influencia de la concentración de NaOH y tiempo de agitación para el incremento del área superficial de la ceniza modificada.	Área superficial	m ² /g
				Concentración de NaOH	Molaridad (M)
				Tiempo	Minutos (min)

Dependiente: Área superficial modificado.	Área superficial es una medida de la superficie expuesta a una muestra sólida a la escala microscópica, sus unidades son m ² /g. (Brunauer, Emmet y Teller). (Parra Soto, J., 2013)	La medición del área superficial se determina en el equipo BET a través de un software estadístico.	Caracterización de la ceniza volante modificada	Composición mineralógica Área superficial	Minerales m ² /g
Remoción de iones Cd (II).	La remoción consiste en retirar, cambiar o modificar algo de una condición inicial.	La concentración inicial y remanente se cuantifica utilizando espectroscopia de plasma ICP-OES. El tiempo se mide utilizando un cronometro. La velocidad de agitación se mide con un equipo con agitador magnético.	Condiciones de operación para la remoción de iones Cd (II) usando ceniza volante modificada.	Concentración	ppm
				Tiempo de agitación	Minutos (min)
				Velocidad de agitación	Revoluciones por minuto (rpm)
				Tiempo de agitación	Minutos (min)
		El nivel de influencia individual de tiempo de agitación y velocidad de agitación se determina por la Metodología de Superficie Respuesta.	Niveles de influencia del tiempo de agitación y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II).	Velocidad de agitación	Revoluciones por minuto (rpm)

3.4. Instrumentos

En la presente investigación se contó con equipos calibrados, con certificación de INACAL y normas internacionales, los instrumentos utilizados se detallan en la tabla 5.

Tabla 5

Instrumentos utilizados en la presente investigación

Parámetros	Instrumento	Especificación
Área superficial específica.	Equipo BET-UNI.	El equipo Micromeritics GEMINI-VII 2390 serie t, usa N ₂ gaseoso para el análisis y N ₂ líquido como refrigerante para la condensación del N ₂ gaseoso.
Composición mineralógica y fase cristalina.	Difractómetro de rayos X-INGEMMET.	Difractómetro Miniflex de la marca Rigaku, con radiación de cobre a 40 Kv y 30 mA, fue utilizado para el análisis a una velocidad de barrido de 2°/minuto irradiadas.
Velocidad de agitación.	Agitador magnético-UNSCH	Con pastillas magnéticas, regulador de agitación (rpm) y temperatura.
Concentración de iones Cd (II).	Espectrometría óptica de plasma ICP-OES.	Tecnología Dual View con visión Radial y Axial. Con Software Syngistix para ICP Enhanced Security. Cumple con la norma 21 CFR.

3.5. Procedimientos

Para el cumplimiento de los objetivos propuestos de la presente investigación, se consideraron tres etapas: tratamiento de las cenizas del cocido de ladrillos, modificación química de las cenizas volantes y evaluación de la capacidad de remoción de las cenizas modificadas con soluciones sintéticas de iones Cd (II). Los ensayos experimentales se

desarrollaron en el laboratorio de Fisicoquímica de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga; los análisis de difracción de rayos X en INGENMMET-Lima; la determinación del área superficial por el método BET (Brunauer-Emmett-Taller) en la Universidad Nacional de Ingeniería (Laboratorio de catálisis)-Lima y la determinación de las concentraciones de todas las muestras en la remoción de Cd (II) fue por espectroscopia de plasma ICP-OES en la empresa acreditada por INACAL ACTLABS SKYLINE PÉRU SAC-Lima.

3.5.1. Tratamiento de las cenizas del carbón mineral

La muestra de cenizas de carbón mineral se tamizo utilizando malla 160 μm , número de malla establecido por la American Society for Testing and Materials (ASTM), en esta etapa se obtuvo dos fracciones, una gruesa y otra fina. La fracción fina correspondiente a la malla pasante de 160 μm , corresponde al rango de clasificación al tamaño de partículas de las cenizas volantes (comprendidas de 0,2 a 200 μm); se lavó con agua destilada hasta un pH igual a 9, se filtró y se secó a 110 °C por 4 horas. El producto seco se sometió a molienda y se guardó para la modificación. Se tomaron muestras representativas para determinar la composición mineralógica por DRX y del área superficial (método BET). En la figura 5 se detalla el diagrama de bloque correspondiente al tratamiento de las cenizas del carbón mineral para la obtención de las cenizas volantes.

Preliminarmente las cenizas volantes se sometieron a la evaluación de su capacidad de remoción, intencionalmente se evaluaron con tres ensayos. En tres vasos de precipitado de 250 mL se incorporaron aproximadamente 0,50 g de cenizas volantes, luego se adicionaron 200 mL de solución de Cd (II), luego la pastilla magnética y se llevó al agitador eléctrico, previamente se reguló la velocidad de agitación y finalmente se controló el tiempo de remoción. Las variables independientes considerados en el proceso de remoción fue el tiempo

y la velocidad de agitación, en la tabla 6 se indican los ensayos a realizados en la remoción de iones Cd (II).

Figura 5

Diagrama de bloque del tratamiento de la ceniza de carbón mineral

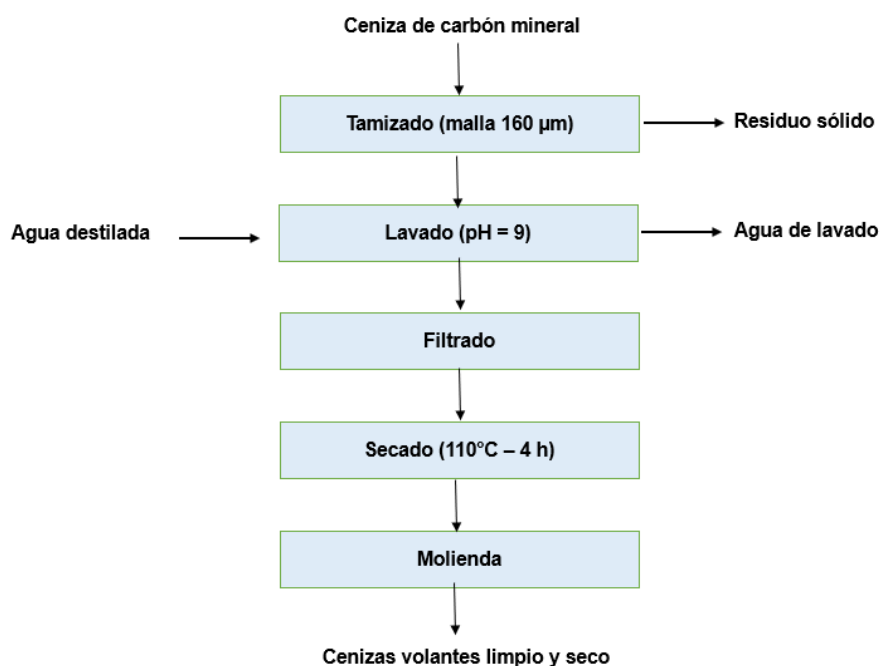


Tabla 6

Ensayos para la remoción de Cd (II) usando cenizas volantes

Ensayo	Muestra	Tiempo de agitación (min)	Velocidad de agitación (rpm)
1	RCd-0-30-400	30	400
2	RCd-0-60-600	60	600
3	RCd-0-90-800	90	800

Nota. Para la remoción se han considerado tres tiempos y tres velocidades de remoción

3.5.2. *Modificación química de la ceniza volante*

Para determinar las condiciones de operación favorables en la modificación química de la ceniza volante para el incremento del área superficial, se utilizó el diseño factorial del tipo 3^2 , con 2 factores: la concentración de la solución de hidróxido de sodio y el tiempo de agitación. Se evaluaron tres concentraciones de solución de NaOH de 1,5 M; 2,0 M y 2,5 M con tiempos de agitación de 30, 60 y 90 minutos; y como variable respuesta fue el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas expresadas en m^2/g .

A continuación, se describe la secuencia del proceso de la modificación química de las cenizas volantes:

- Según al diseño experimental seleccionado, se pesaron 25 g de cenizas volantes y se introdujeron en vasos de precipitado, en cada uno de ellos se adicionaron 100 mL NaOH de concentraciones 1,5 M; 2,0 M y 2,5 M respectivamente, siendo la proporción de ceniza a solución alcalina 1:4.
- El contenido de la mezcla en los vasos de precipitado, se transvasaron a las botellas de teflón (capacidad de 250 mL), para ser agitados a la velocidad de 500 rpm por tiempos de 30, 60 y 90 minutos. Luego son llevados a la estufa para el tratamiento en medio térmico por 24 horas a 100 °C.
- Seguido, las muestras fueron lavadas a un pH final de 10, se filtró y se secó a 110 °C por 8 horas. Luego del secado, el producto se sometió al proceso de molienda, para finalmente tomar muestras representativas para la determinación de la composición mineralógica y del área superficial.

Los niveles de experimentación en la modificación de las cenizas volantes de acuerdo al diseño factorial del tipo 3^2 se describen en la tabla 7.

Tabla 7

Niveles de experimentación para la modificación de las cenizas volantes

Factores	Pequeño	Medio	Grande	Unidades
Concentración de NaOH	1,5	2,0	2,5	M
tiempo de agitación	30	60	90	min

Del mismo modo, los niveles de distribución experimental para la modificación de las cenizas volantes usando el diseño factorial del tipo 3^2 se indican en la tabla 8.

Tabla 8

Niveles de distribución experimental para la modificación de las cenizas volantes

Ensayo	Muestra	Concentración NaOH (M)	Tiempo de agitación (min)
1	CVM-1	2,5	30
2	CVM-2	1,5	30
3	CVM-3	1,5	90
4	CVM-4	1,5	60
5	CVM-5	2,5	90
6	CVM-6	2,5	60
7	CVM-7	2,0	60
8	CVM-8	2,0	30
9	CVM-9	2,0	90

Nota. La nomenclatura CVM, indica ceniza volante modificado

3.5.3. Remoción de iones Cd (II)

La remoción de iones Cd (II) se realizó en sistemas batch y para ello se utilizó la ceniza volante modificada que presentó la mayor área superficial. Se preparó 2 L de solución sintética de iones Cd (II) a 110 ppm de concentración inicial a partir del reactivo $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (P. A.) de la marca Merck. En esta etapa se utilizó el diseño factorial del tipo 3^2 , siendo el tiempo y la velocidad de agitación las variables independientes, y como variable dependiente el porcentaje de remoción.

El proceso de la remoción de iones Cd (II) tiene la siguiente secuencia:

- De acuerdo al diseño factorial del tipo 3^2 en vasos de precipitado de 250 mL de capacidad se introdujeron 0,5 g de ceniza volante modificada, luego se añadió 200 mL de solución sintética de iones Cd (II) de 110 ppm de concentración inicial, siendo la proporción masa de ceniza volante modificada y volumen de solución de 1:400.
- Los vasos de precipitado con la muestra, fueron llevados a la plancha eléctrica, inmediatamente se introdujo la pastilla magnética, se reguló la velocidad de agitación y se controló el tiempo de remoción.
- Los ensayos de remoción se realizaron a pH 5,44 correspondiente a la solución de iones Cd (II) y a temperatura ambiente.
- Luego del proceso de remoción, se filtraron utilizando papel de filtro Whatman Cat. N° 1001150, donde las soluciones remanentes se recibieron en frascos especiales de material de vidrio para la determinación de la concentración final por Espectrometría óptica de plasma ICP-OES.

Los niveles de experimentación para la remoción de iones Cd (II) se detallan en la tabla

Tabla 9*Niveles de experimentación en la remoción de iones Cd (II)*

Factores	Pequeño	Medio	Grande	Unidades
Tiempo de agitación	30	60	90	min
Velocidad de agitación	400	600	800	rpm

Por otro lado, los niveles de disposición experimental para la remoción de iones Cd (II) según al diseño factorial del tipo 3^2 se especifican en la tabla 10.

Tabla 10*Niveles de distribución experimental para la remoción de iones Cd (II)*

Ensayo	Muestra	Tiempo de agitación (min)	Velocidad de agitación (rpm)
1	RCd-1	30	400
2	RCd-2	30	800
3	RCd-3	60	800
4	RCd-4	90	400
5	RCd-5	90	800
6	RCd-6	90	600
7	RCd-7	60	600
8	RCd-8	30	600
9	RCd-9	60	400

Nota. La nomenclatura RCd-x, significa remoción de iones cadmio (II) en la muestra x.

La expresión que permite determinar el porcentaje de remoción esta dado por:

$$\% \text{ Remoción} = \left(\frac{[\text{Cd}^{2+}]_o - [\text{Cd}^{2+}]_f}{[\text{Cd}^{2+}]_o} \right) \times 100$$

Donde:

- $[\text{Cd}^{2+}]_o$: concentración inicial de iones Cd (II) en ppm.
- $[\text{Cd}^{2+}]_f$: concentración final de iones Cd (II) en ppm.

3.6. Análisis de datos

Culminada el proceso de la modificación química de las cenizas volantes, según al diseño experimental factorial del tipo 3^2 , donde la variable respuesta fue el incremento del área superficial de las cenizas modificadas; y por inspección de los resultados se identificó la muestra que presenta el mayor valor del área superficial, con ello se llegó a determinar las condiciones de operación favorable de concentración de la solución de NaOH y del tiempo de agitación. En esta etapa experimental, al conocer la muestra que presenta mayor área superficial, por la metodología de superficie de respuesta (RSM) se evaluaron la influencia grafica de las variables independientes de concentración de NaOH y tiempo de agitación, estudio de varianza (ANOVA), explicación de la gráfica de Pareto los coeficientes y ecuación polinomial de la función, el diagrama de superficie respuesta, el diagrama de contornos para obtener el punto óptimo y la maximización de la variable de respuesta.

Así mismo, para la evaluación de la remoción de iones Cd (II), se utilizó el diseño factorial del tipo 3^2 , con tiempo y velocidad de agitación como variables independientes, y el porcentaje de remoción como variable respuesta. Igualmente, como en el caso anterior, se evaluaron la influencia grafica de las variables independientes de tiempo y velocidad de

remoción estudio de varianza (ANOVA), explicación de la gráfica de Pareto los coeficientes y ecuación polinomial de la función, el diagrama de superficie respuesta, el diagrama de contornos para obtener el punto óptimo y la maximización de la variable de respuesta, todo ello se evaluó empleando el método de superficie de respuesta (RSM). La metodología de superficie respuesta (MSR) y el diseño factorial del tipo 3^2 se aplicó mediante el paquete estadístico de Statgraphics Centurion XVI.

3.7. Consideraciones éticas

La investigación realizada ha considerado los criterios de integridad científica, comportamiento ético y responsable en investigación. A la empresa proveedora de la muestra se le ha informado de la investigación; así mismo, en el trabajo experimental se ha cumplido con los protocolos de laboratorio. Se ha respetado los derechos de autor y el contenido de la presente tesis se ha sometido a los controles de similitud (URKUND) establecido por la Escuela Universitaria de Posgrado de Universidad Nacional Federico Villarreal.

IV. RESULTADOS

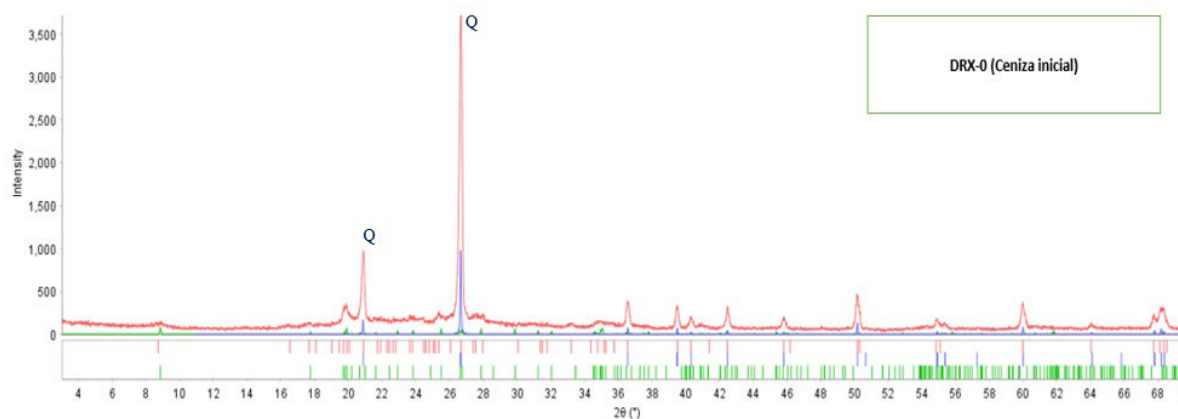
4.1. Respecto a la Caracterización inicial de la ceniza volantes

Según al tratamiento efectuado a las cenizas del carbón mineral dado en la figura 5, se obtuvo 7,36 % de rendimiento de cenizas volantes.

De acuerdo al análisis de difracción de rayos X de la ceniza volante inicial, se logró determinar solo dos componentes en su composición mineralógica: con 92,53 % en masa cuarzo (SiO_2) y de 7,47 % de moscovita ($\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$). Los resultados de DRX completos de todas las muestras en el presente estudio se reportan en el anexo A. El difractograma de la ceniza volante en su condición inicial se visualiza en la figura 6, en ella se observa dos picos típicos en 2θ igual a 21° y $26,5^\circ$ que corresponden al mineral cuarzo (SiO_2).

Figura 6

Difractograma de la ceniza volante inicial (DRX-0)

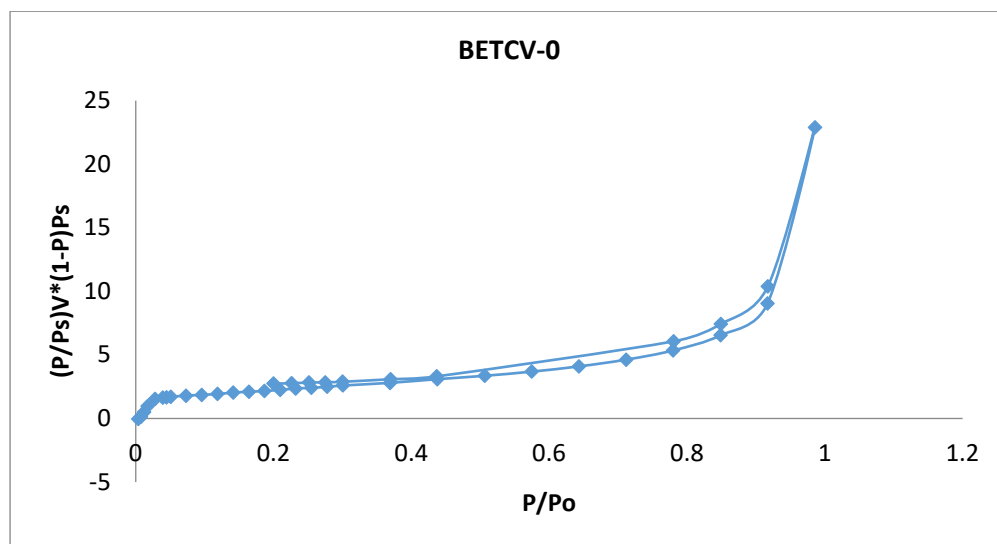


En la figura 7 se presenta la isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante en su condición de inicio, siendo el tipo de isoterma que se encuentra en la clasificación del tipo de isoterma de adsorción de gases del tipo IV establecido por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC-1985), correspondiente a sólidos con superficie micro mesoporosa,

con bucle de histéresis tipo H1 y de poro cilíndrico. El área superficial determinado por el método BET (Brunauer-Emmett-Taller) para la ceniza volante fue de 8,59 m²/g.

Figura 7

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante en su condición de inicio



En la tabla 11 se tiene los resultados de la capacidad de remoción de iones Cd (II) de las cenizas volantes en su condición de inicio.

Tabla 11

Resultados de la remoción de Cd (II) usando cenizas volantes inicial

Muestra	Tiempo de agitación (min)	Velocidad de agitación (rpm)	[Cd ²⁺] _i ppm	[Cd ²⁺] _f ppm	% remoción
RCd-0-30-400	30	400	110	93,80	14,73
RCd-0-60-600	60	600	110	83,80	21,10
RCd-0-90-800	90	800	110	83,40	24,18
Promedio					20,0

Nota. RCd-0 indica muestra de remoción de la muestra inicial de ceniza volantes

4.2. Respecto a la modificación química de las cenizas volantes

4.2.1. Composición mineralógica

En la tabla 12, se reportan los resultados de la composición mineralógica de la ceniza volante inicial (DRX-0) y modificadas (RDX-1 al DRX-9). Los resultados completos de DRX se encuentran en el anexo A.

Los difractogramas de las cenizas modificadas (DRX-1 al DRX-9) se presentan de la figura 8 hasta la figura 16.

En la ceniza volante modificada 1 (DRX-1) se encontraron en total cinco (05) minerales, con la formación de tres nuevos minerales (gismondina 24,35 %, sodalita 32,79 % y zeolita 7,94 %), según la tabla 12 se evidencia que el contenido de cuarzo (SiO_2) de 92,53 % disminuyó a 30,60 %. Así mismo, en el difractograma de la ceniza volante modificado-1 (DRX-1) de la figura 8, se constata la formación de nuevos picos visibles (nuevas fases cristalinas) con valores de 2θ igual a 12° , 16° , 24° , 28° y 30° .

Figura 8

Difractograma de la ceniza volante modificado-1 (DRX-1)

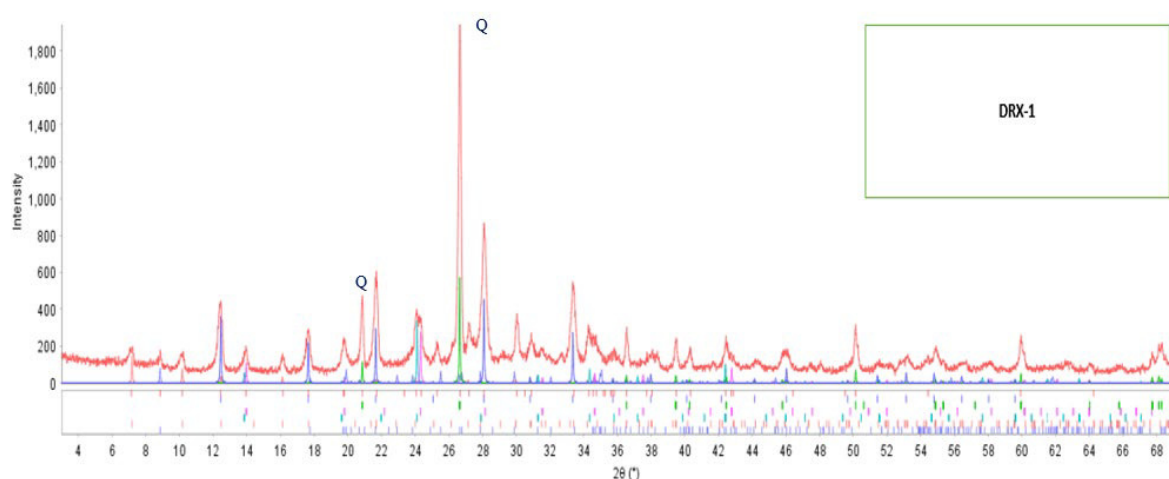


Tabla 12

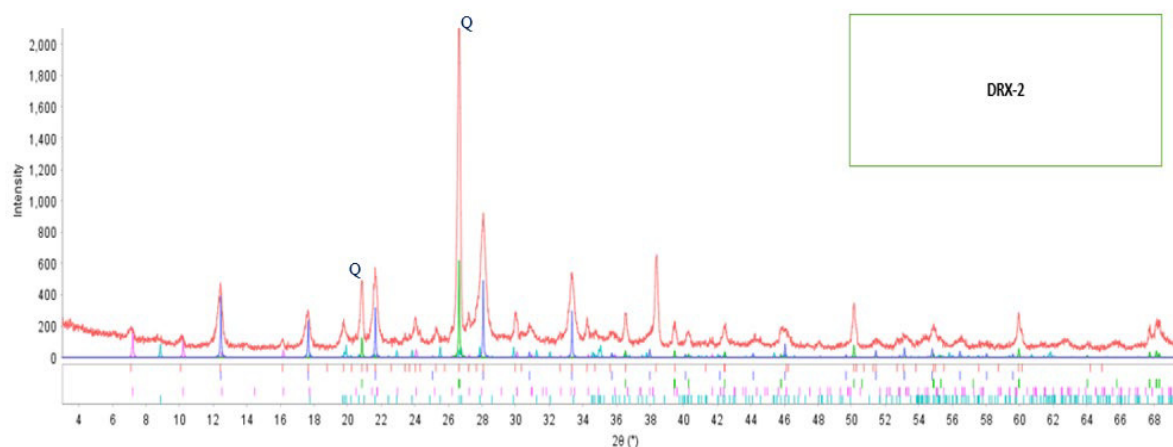
Composición mineralógica de la ceniza volante (DRX-0) y de las cenizas modificadas (DRX-1 a DRX-9)

Componente de la ceniza volante	Composición mineralógica en % en masa para cada muestra									
	DRX-0	DRX-1	DRX-2	DRX-3	DRX-4	DRX-5	DRX-6	DRX-7	DRX-8	DRX-9
Calcita	-	-	-	-	-	-	-	1,82	-	-
Cuarzo	92,53	30,69	45,36	44,89	46,37	58,92	69,39	43,48	47,53	47,12
Faujasita	-	-	-	-	8,32	-	-	-	-	-
Gismondina	-	24,35	19,21	35,61		16,14	10,21	32,26	35,97	-
Moscovita	7,47	4,23	4,01	6,03	4,88	18,45	12,24	4,21	4,51	1,92
Sodalita	-	32,79	31,42	-	40,43	-	-	-	-	50,96
Zeolita	-	7,94	-	13,47	-	6,49	8,16	18,23	11,99	-
# Minerales	2	5	4	4	4	4	4	5	4	3

En el caso de la muestra de la ceniza volante modificado 2 (DRX-2), según la tabla 12 se confirma la formación de dos (02) nuevos componentes respecto a la muestra inicial: con 19,21 % de gismondina y de 31,42 % de zeolita sodalita. Así mismo, según la figura 9 que corresponde al difractograma de la muestra 2 (DRX-2), se observa la formación de nuevos picos (fases cristalinas) ubicados en 2θ : 12° , 18° , 22° , 28° , 33° y 38° .

Figura 9

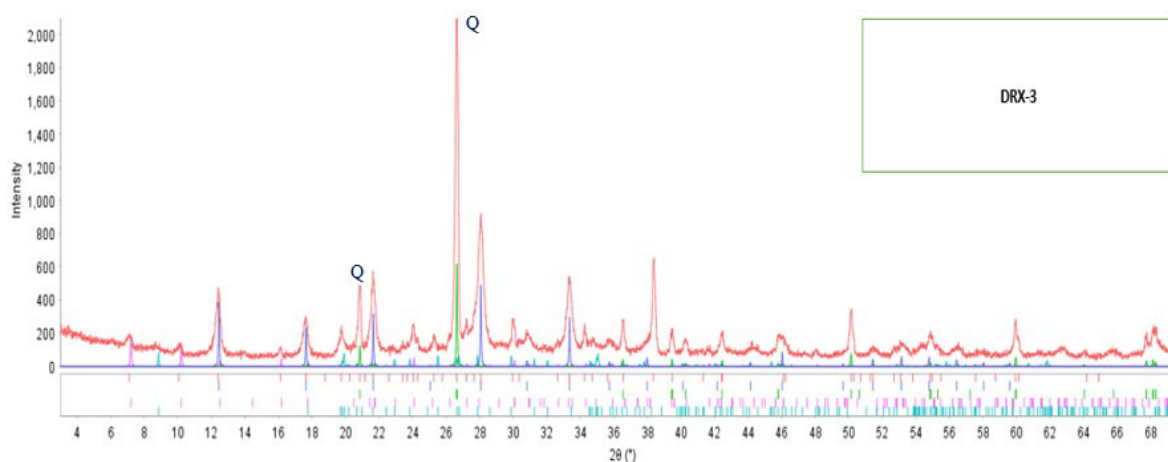
Difractograma de la ceniza volante modificado-2 (DRX-2)



En la figura 10 se tiene el difractograma de la ceniza volante modificada 3 (DRX-3), en ella se observa la formación de nuevos picos en 2θ : 12° , 18° , 22° , 28° , 33° y 38° , que de acuerdo a la tabla 12 se confirma la formación de dos (02) nuevos minerales: con 35,61 % de gismondina y 13,47 % de zeolitas.

Figura 10

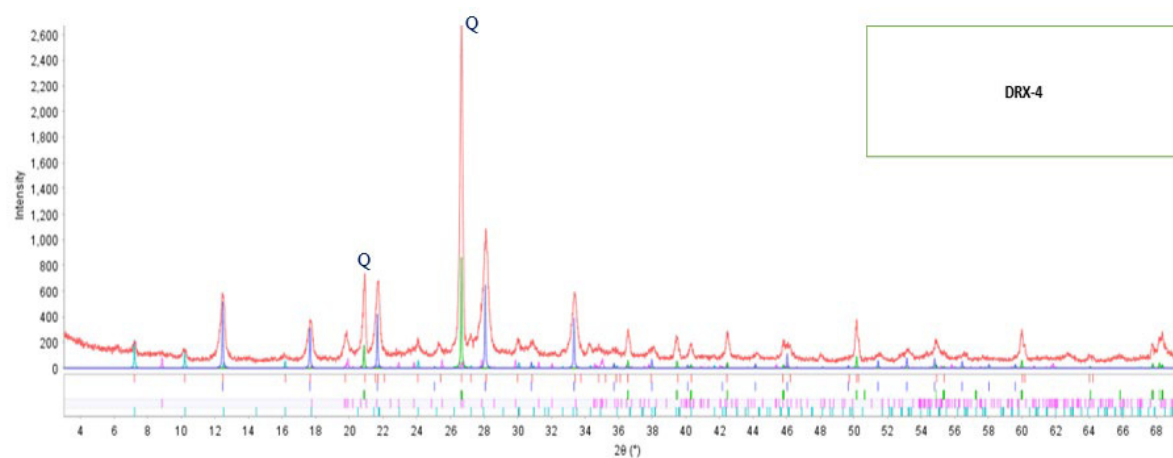
Difractograma de la ceniza volante modificado-3 (DRX-3)



Del mismo modo, en la figura 11 se tiene el difractograma de la ceniza volante modificada 4 (DRX-4), en la referida figura se visualiza la formación de nuevos picos en 2θ : 12° , 18° , 22° , 28° y 33° , que según la tabla 12 se formaron dos (02) nuevos minerales: con 8,32 % de faujasita y 40,43 % de sodalita.

Figura 11

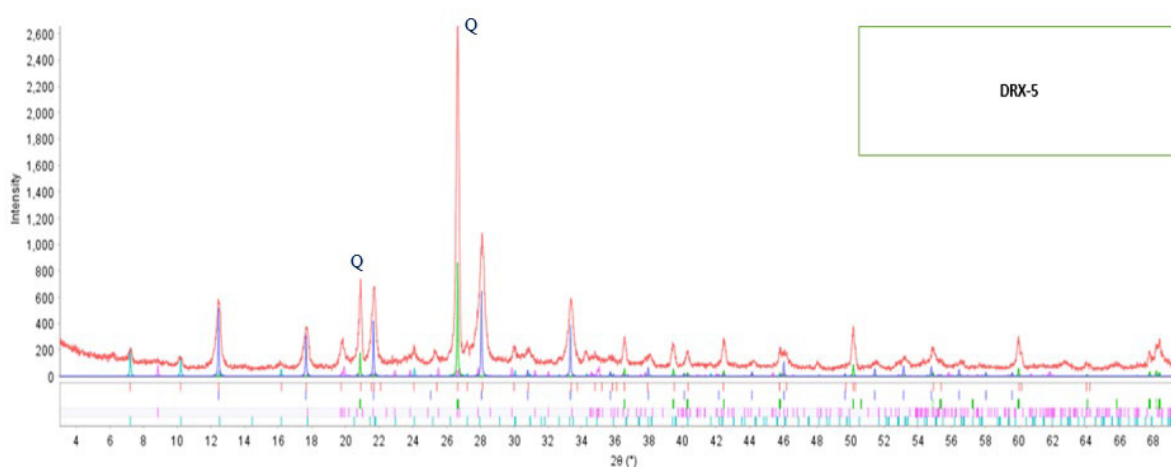
Difractograma de la ceniza volante modificado-4



Según el difractograma de la figura 12 correspondiente a la ceniza volante modificada 5 (DRX-5), se visualiza la formación de nuevos picos en 2θ : 12° , 18° , 22° , 28° y 33° . Que según los resultados de la tabla 12, se evidencia la formación de dos (02) nuevos minerales: con 16,14 % de gismondina y 6,49 % de zeolita.

Figura 12

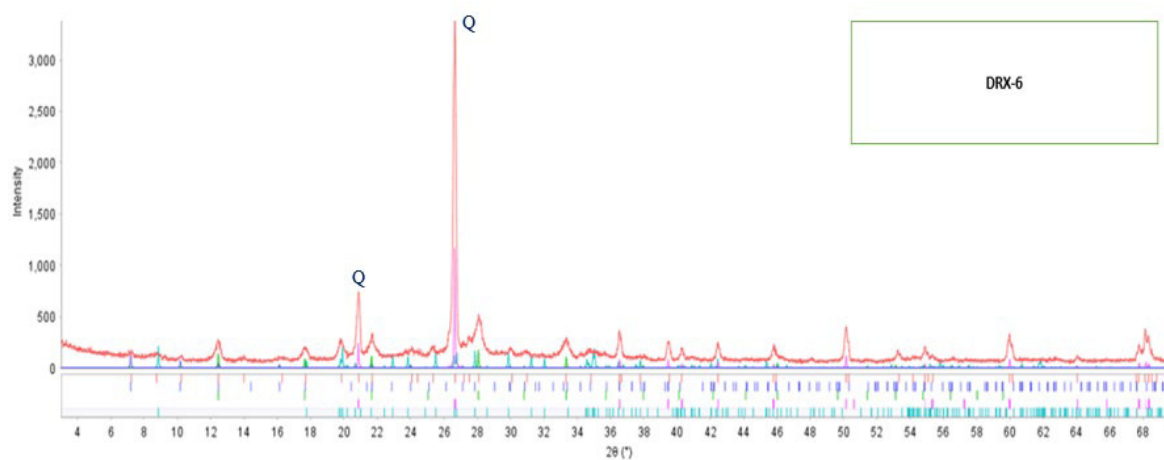
Difractograma de la ceniza volante modificado-5 (DRX-5)



Con respecto al difractograma de la ceniza volante modificada 6 (DRX-6), dado en la figura 13, se visualiza la formación de nuevos picos con pequeñas intensidades en 2θ : 12° , 28° , 33° y 33° . De acuerdo a la tabla 12, se logra evidenciar la formación de dos (02) nuevos minerales: con 10,21 % de gismondina y 8,16 % de zeolita.

Figura 13

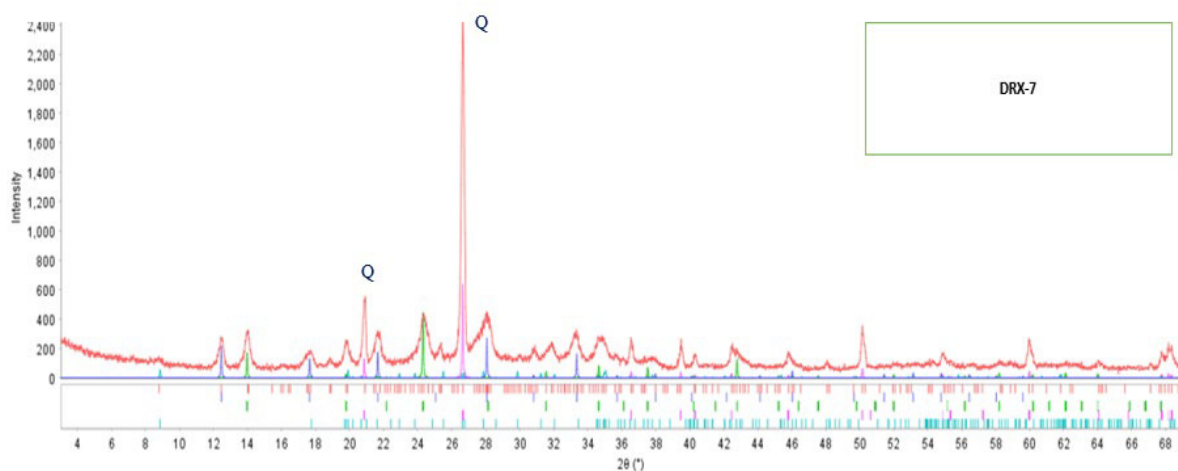
Difractograma de la ceniza volante modificado-6 (DRX-6)



Referido a la ceniza volante modificada 7 (DRX-7), su difractograma se visualiza en la figura 14, se observa la formación de nuevos picos con intensidades pequeñas en 2θ : 12° , 14° , 20° , 22° , 24° , 28° y 35° . En la tabla 12, se evidencia la formación de tres (03) nuevos minerales: con 1,82 % de calcita, 32,26 % de gismondina y 18,23 % de zeolita.

Figura 14

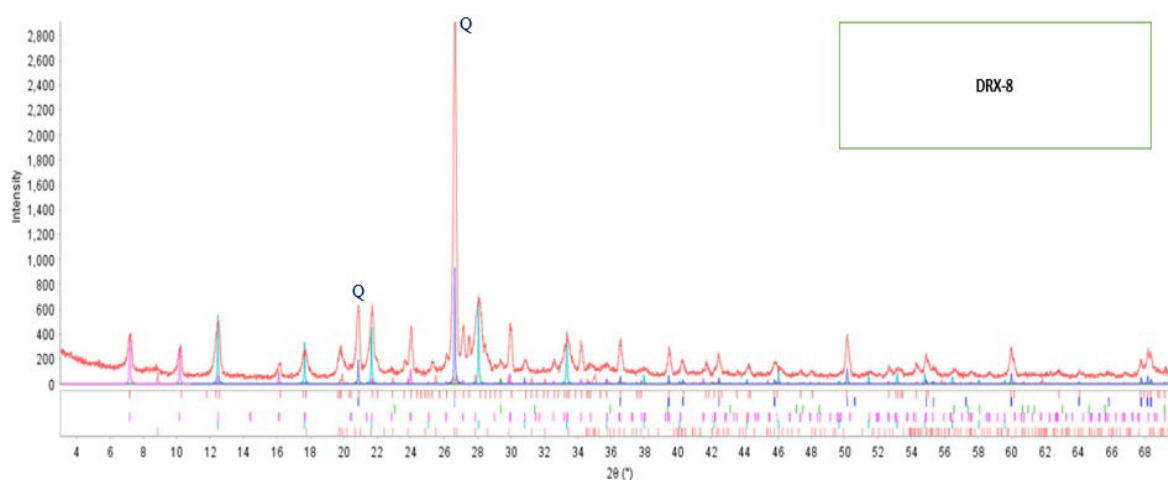
Difractograma de la ceniza volante modificado-7



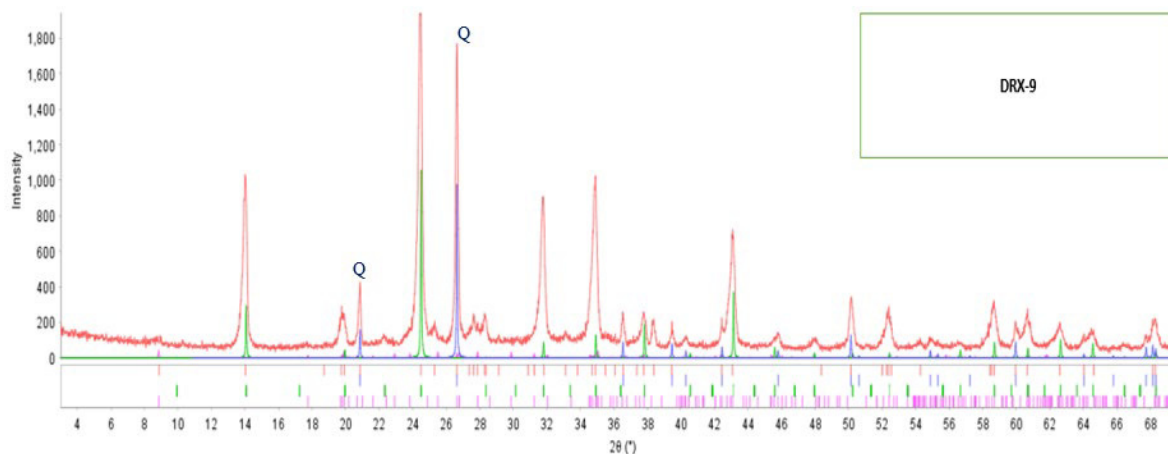
En la figura 15 se tiene el difractograma de la ceniza volante modificado 8 (DRX-8), en la referida figura se observa la formación de nuevos picos con intensidades moderadas en 2θ : 7° , 10° , 12° , 18° , 22° , 24° , 28° , 30° , 33° y 35° . En los resultados establecidos en la tabla 12, se constata la formación de dos (02) nuevos minerales: con 35,97 % de gismondina y 11,99 % de zeolita.

Figura 15

Difractograma de la ceniza volante modificado-8



El difractograma de la ceniza volante modificado 9 (DRX-9) se da en la figura 16, en ella se observa la formación de nuevos picos con intensidades muy pronunciadas en 2θ : 14° , 24° , 32° y 35° . Según la tabla 12, se confirma la formación de un (01) nuevo componente, siendo la sodalita con un 50,96 %.

Figura 16*Difractograma de la ceniza volante modificado-9*

Según los resultados obtenidos en la tabla 12, se visualiza que las cenizas volantes modificadas de DRX-1 a DRX-9 contienen cuarzo en el rango de 30,69 a 69,39 % SiO_2 , esto indica que parte del cuarzo de la muestra inicial a reaccionado para formar nuevos componentes, modificando así la composición química de la cenizas volante inicial.

4.2.2. Área superficial

La modificación de las cenizas volantes, se evaluó en función al incremento del valor del área superficial. En la tabla 13 se presentan los resultados del área superficial de las cenizas modificadas determinados por el método BET (Brunauer-Emmett-Teller). En dicha tabla se observa que el valor más alto de área superficial le corresponde a la muestra 7 (**BETCVM-7**), con $33,99 \text{ m}^2/\text{g}$ a condiciones de operación favorables de 2,0 M de concentración de NaOH y 60 minutos de tiempo de agitación. En cuanto al valor más bajo, recae en la muestra 2 (**BETCVM-7**) con $10,89 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial bajo condiciones de operación de 1,5 M de concentración de NaOH y 90 minutos de tiempo de agitación. En el anexo B se reportan los resultados de los todos los puntos de adsorción-desorción por el método BET de las cenizas volantes modificadas.

En las figuras comprendidas del 17 al 25 se reportan las isothermas de adsorción-desorción de cada una de las cenizas volantes modificadas. Así mismo, se llegó a determinar que las muestras de cenizas volantes modificadas y la muestra en su condición de inicio, se caracterizan por ser muy similares en comportamiento de adsorción y desorción; encontrándose dentro de la clasificación del tipo de isoterma de adsorción de gases del tipo IV establecido por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC-1985), correspondiente a sólidos con superficie micro mesoporosa, con bucle de histéresis tipo H1 y de poro cilíndrico.

Tabla 13

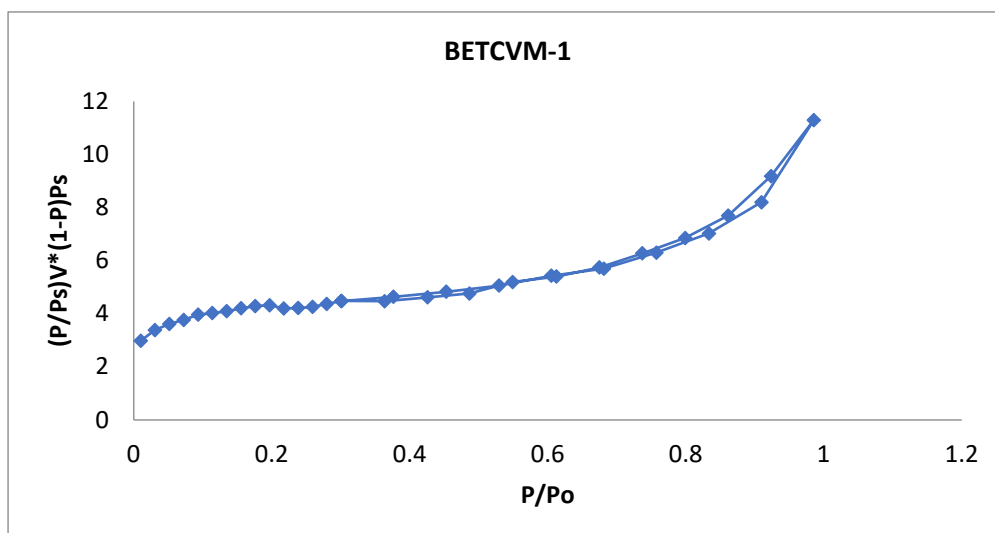
Resultados del área superficial de las cenizas volantes modificadas

Cenizas volantes modificadas	Concentración de NaOH (M)	Tiempo de agitación (min)	Área superficial (m ² /g)
BETCVM-1	2,5	30	13,75
BETCVM-2	1,5	30	10,89
BETCVM-3	1,5	90	17,35
BETCVM-4	1,5	60	32,62
BETCVM-5	2,5	90	15,60
BETCVM-6	2,5	60	21,25
BETCVM-7	2,0	60	33,99
BETCVM-8	2,0	30	21,72
BETCVM-9	2,0	90	20,25

Nota. BETCVM-x, indica área superficial (Método BET) de la ceniza volante modificada de la muestra x

Figura 17

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 1

**Figura 18**

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 2

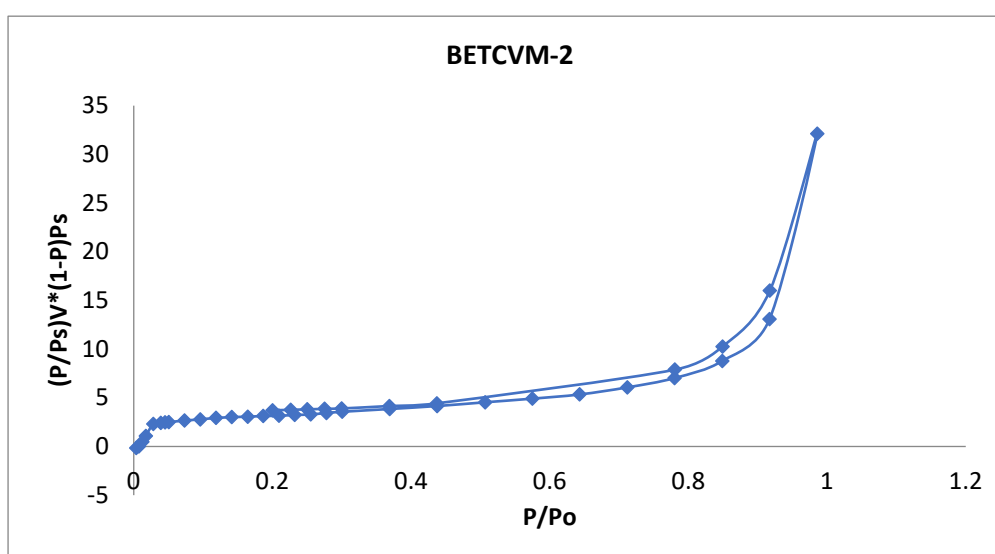
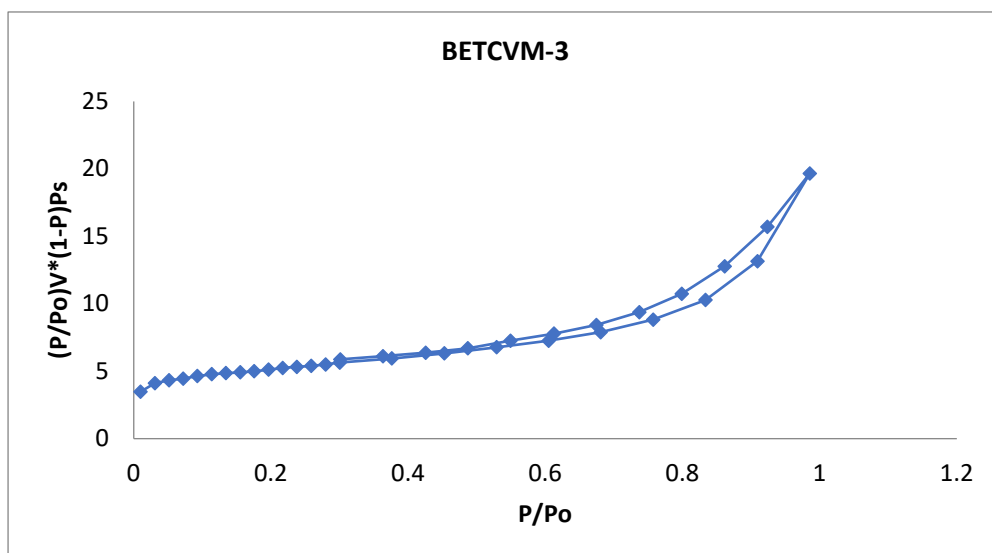


Figura 19

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 3

**Figura 20**

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 4

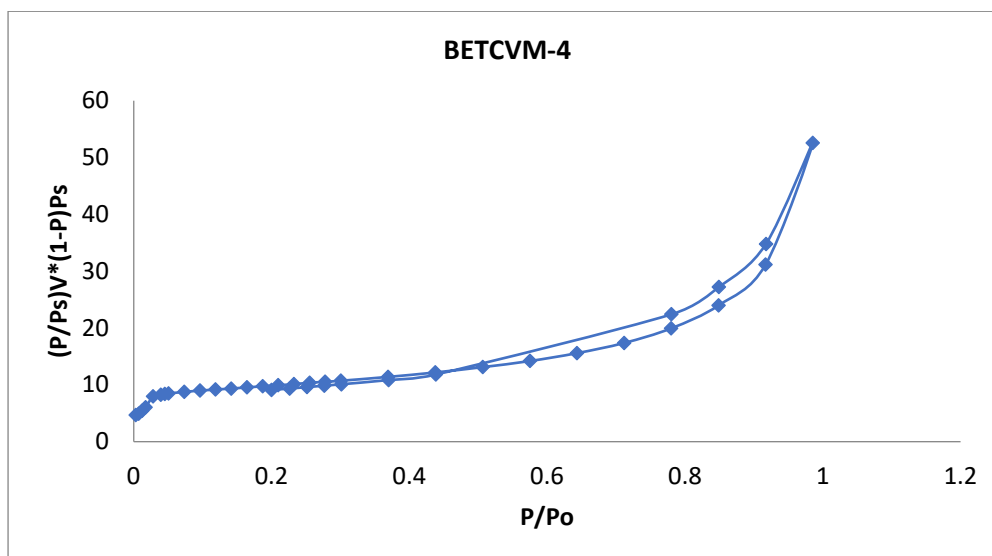
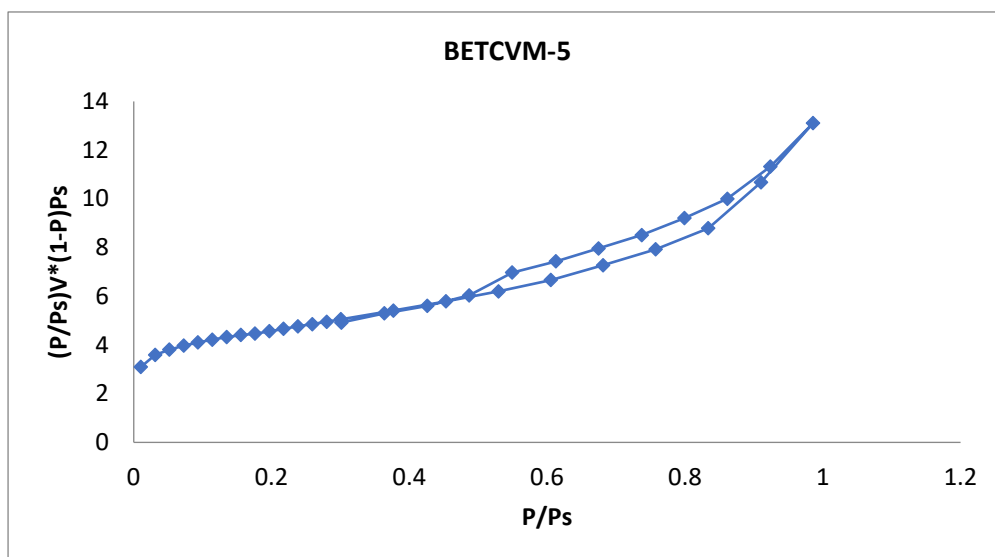


Figura 21

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 5

**Figura 22**

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 6

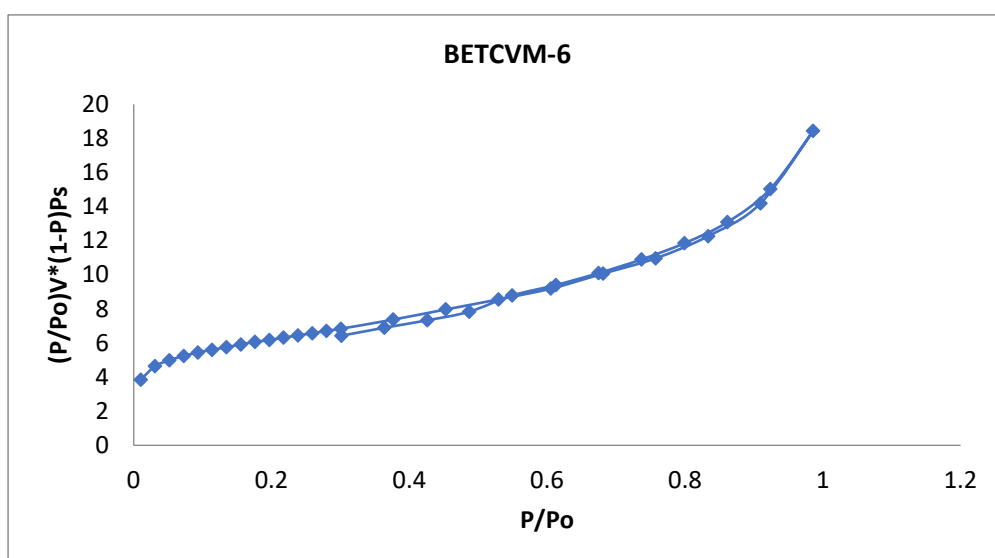
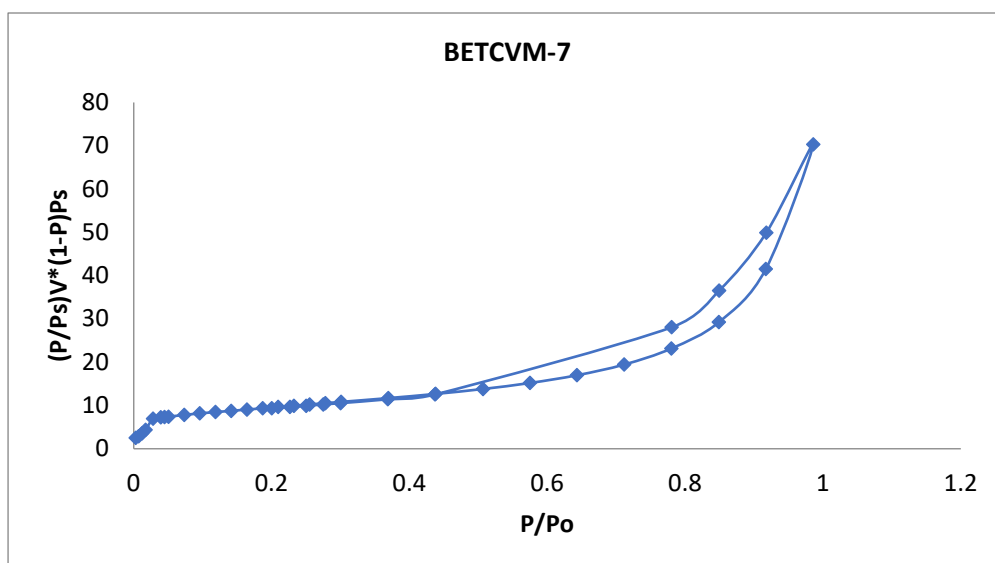


Figura 23

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 7

**Figura 24**

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 8

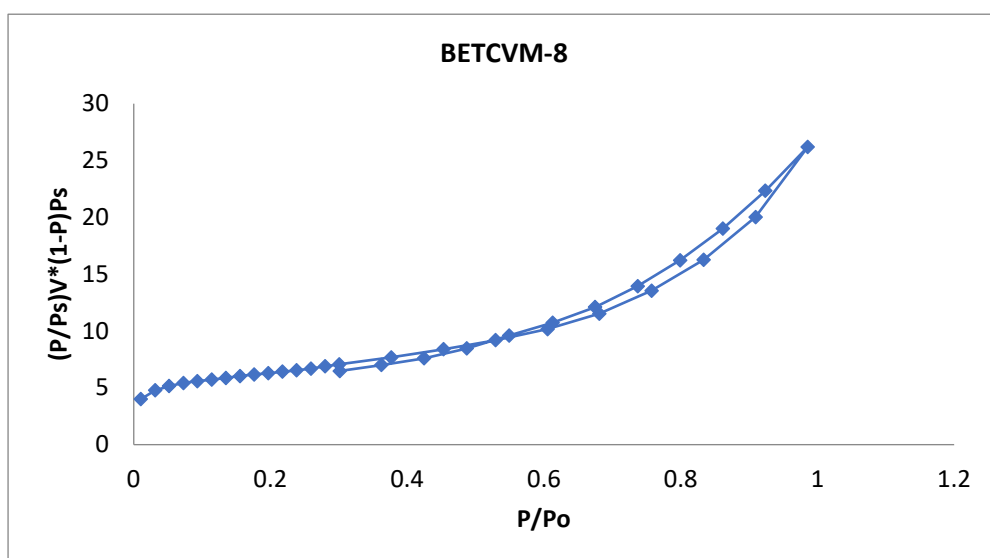
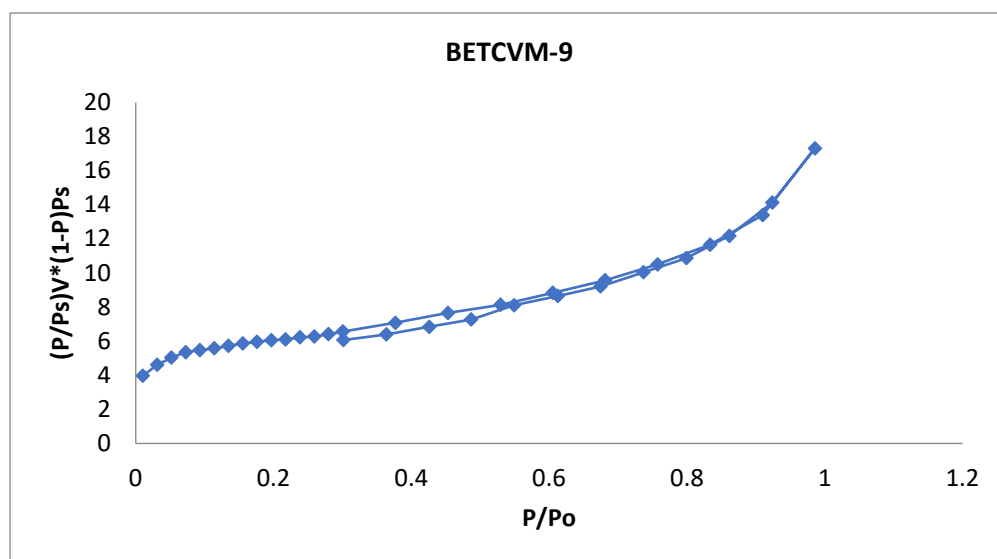


Figura 25

Isoterma de adsorción-desorción de la ceniza volante modificada 9



4.3. Respecto a la influencia de la concentración de NaOH y tiempo de agitación

El nivel de influencia de las variables concentración de la solución NaOH y el tiempo de agitación en la modificación de las cenizas volantes, optimización y otros efectos, se evaluaron según la metodología por superficie respuesta (MSR) en función al incremento del área superficial.

4.3.1. Análisis de varianza para el incremento del área superficial

En la tabla 14 se reporta los resultados de análisis de varianza para el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas; en la que se observa la partición de la variabilidad del incremento del área superficial separando por piezas para cada uno de los efectos, probándose así estadísticamente la significancia de cada efecto cotejando su cuadrado medio del error experimental contra el más cercano. Para este caso, 01 efecto presenta un valor-P menor que 0,05, en la que se señala que es significativamente diferentes de cero con un grado de confianza del 95,0%.

Tabla 14*Análisis de varianza para el incremento del área superficial*

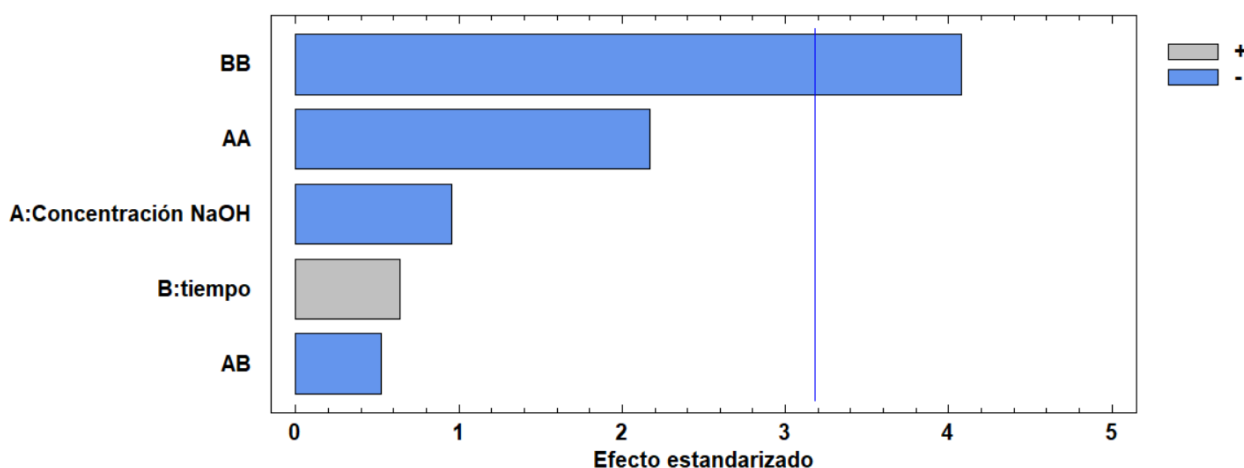
Fuente	Suma de cuadrados	G₁ cuadrado	Cuadrado medio	F-ratio	P-valor
A: Concentración	17,5446	1	17,5446	0,91	0,4112
B: Tiempo	7,7976	1	7,7976	0,40	0,5706
AA	90,9451	1	90,9451	4,70	0,1187
AB	5,31303	1	5,31303	0,27	0,6365
BB	322,241	1	322,241	16,65	0,0266
Error Total	58,0459	3	19,3486		
Total (corr.)	501,888	8			

Estadísticamente R-Cuadrado señala que el modelo, así corregido, aclara que el 88,43 % es variable en el incremento del área superficial. El estadístico R-cuadrado reajustado, es el que más se adecua para comparar modelos con varios números de variables independientes, es 69,16 %. El error estándar del calculado muestra que la desviación estándar de los residuos es 4,39. El error central absoluto (MAE) de 2,20 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) ensaya los residuos para encontrar si haya alguna correlación significativa en base al orden en que se representan los datos en el archivo. Considerando que el valor-P es superior al 5,0 %, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un grado de significancia del 5,0 %.

El diagrama estandarizado de Pareto se reporta en la figura 26 valido para el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas. En este diagrama se confirma los resultados de ANOVA del nivel de significancia por parte de las dos variables independientes para el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas, observándose que las variables concentración y tiempo de agitación no superan la línea vertical del nivel de significancia que está en 3,20.

Figura 26

Diagrama de Pareto estandarizado para el incremento del área superficial



Por otro lado, En la tabla 15 se detallan los efectos de cada una de las interacciones estimadas en el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas, en ella se visualiza el error estándar individual correspondiente a cada efecto e interacciones de las variables independientes en el incremento del área superficial.

Tabla 15*Efectos estimados para el incremento del área superficial*

Efecto	Estimado	Error estándar
Promedio	= 33,7822	3,2786
A: Concentración	= -3,42	3,59153
B: Tiempo de agitación	= 2,28	3,59153
AA	= -13,4867	6,22071
AB	= -2,305	4,39871
BB	= -25,3867	6,22071

Los efectos estimados vienen a ser el porcentaje de efecto que presentan las variable en un suceso, de las dos variables involucradas en el incremento del área superficial establecido en la tabla 15, se observan las siguientes característica: la variable concentración de NaOH en el incremento del área superficial presenta efecto negativo de -3,42 %; la variable tiempo de agitación presenta efecto positivo de 2,28 %; la interacción concentración de NaOH por concentración de NaOH presenta efecto negativo de -13,48 %; la interacción concentración de NaOH por tiempo de agitación presenta efecto negativo de -2,30 % y finalmente la interacción tiempo de agitación por tiempo de agitación presenta efecto negativo de -25,38 %. Se afirma que, la variable tiempo de agitación presenta mayor efecto estimado con 2,28 % en comparación con el efecto negativo de concentración de NaOH con -3,42 % para el incremento del área superficial de las cenizas modificadas.

4.3.2. Coeficientes de regresión para el incremento del área superficial

La información referidos a los coeficientes numéricos de regresión para la variable respuesta incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas se reportan en la tabla 16.

Tabla 16

Coeficientes de regresión para el incremento del área superficial

Coeficiente de regresión	Estimado
Constante	-129,544
A: Concentración	109,083
B: Tiempo de agitación	1,88411
AA	-26,9733
AB	-0,076833
BB	-0,0141037

El modelo de regresión para el incremento del área superficial según los datos del diseño experimental se ajusta a la expresión siguiente:

$$y = -129,544 + 109,083x_1 + 1,88411x_2 - 26,9733x_1^2 - 0,076833x_1x_2 - 0,0141037x_2^2$$

Dónde:

y: incremento del área superficial.

x_1 : concentración.

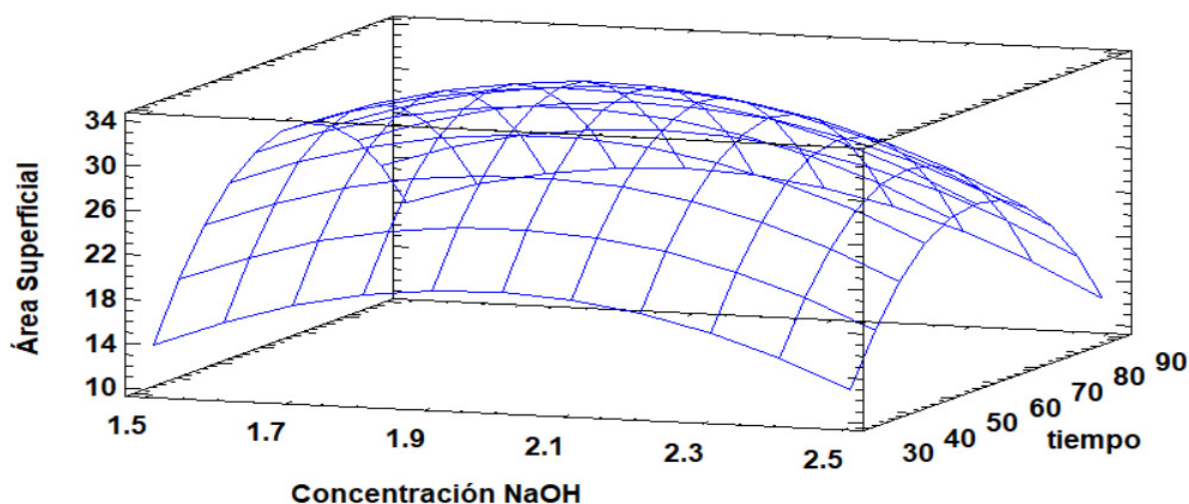
x_2 : tiempo de agitación.

4.3.3. Superficie de respuesta para el incremento del área superficial

Tridimensionalmente el diagrama de superficie respuesta se da en la figura 27 para el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas, en ella se visualiza el máximo valor del área superficial, a la vez se muestra la distribución del incremento del área superficial en función de la concentración y de la velocidad de agitación.

Figura 27

Diagrama de superficie de respuesta para el incremento del área superficial



4.3.4. Gráfica de contornos para el incremento del área superficial

En la tabla 17 se detalla los valores de concentración de NaOH y la velocidad de agitación de la respuesta optimizada para el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas.

Tabla 17

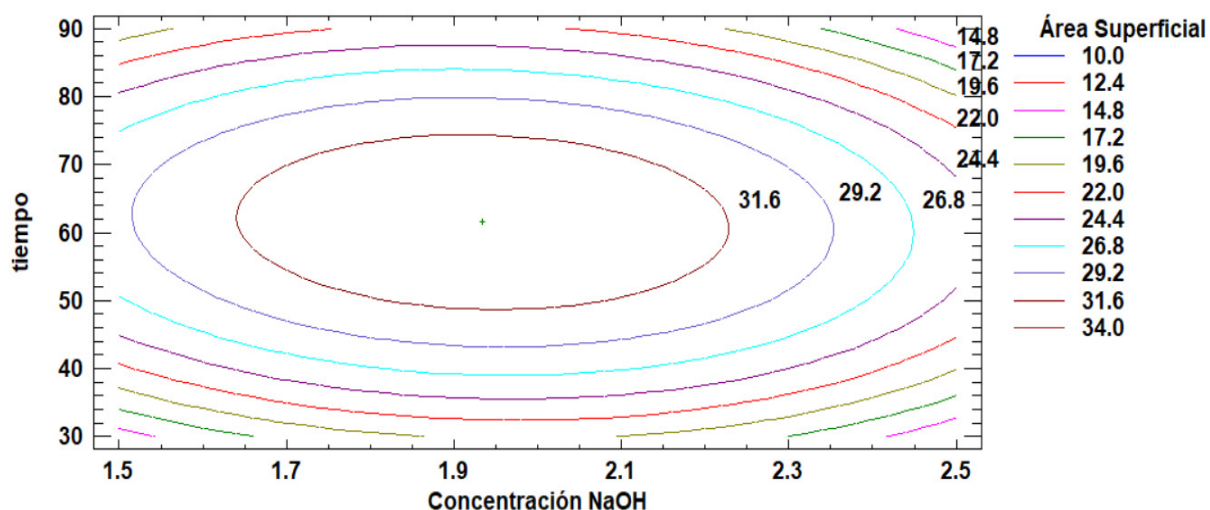
Respuesta optimizada para el incremento del área superficial

Factor	Bajo	Alto	Optimo
Concentración (M)	1,50	2,50	1,93
Tiempo de agitación (min)	30,0	90,0	61,52

Por otro lado, en la figura 28 se muestra la gráfica de contornos estimada para el incremento del valor de área superficial de las cenizas volantes modificadas, en ella se visualiza el punto máximo del incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas.

Figura 28

Gráfica de contornos estimada para el incremento del área superficial



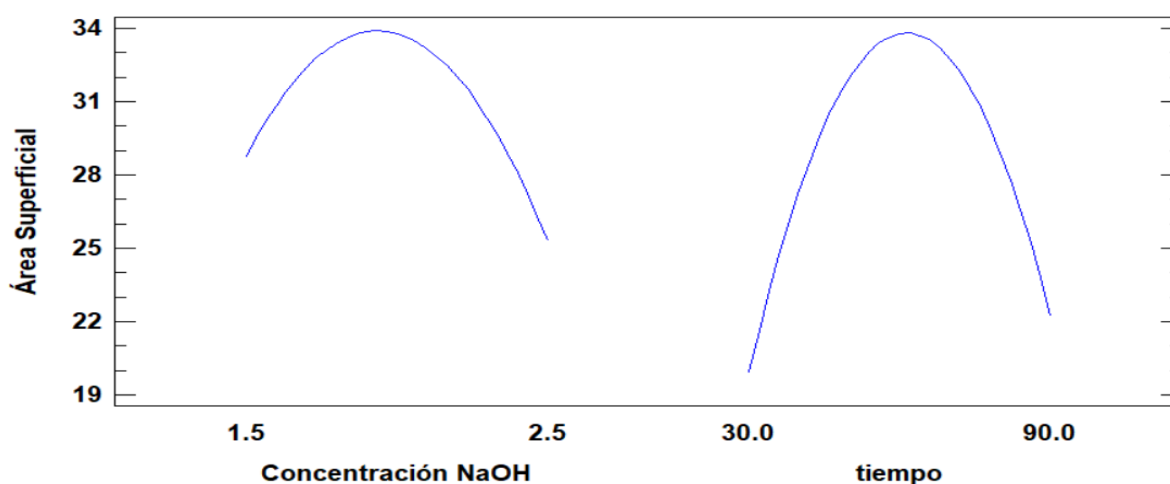
Las condiciones óptimas de operación en el proceso de la modificación de las cenizas volantes fueron: concentración de NaOH 1,93 M, tiempo de agitación 61,52 minutos y 33,92 m²/g de área superficial.

4.3.5. *Análisis de influencia de la concentración y tiempo de agitación*

La figura 29 muestra la gráfica que representa la influencia de la concentración de NaOH y del tiempo de agitación, en el incremento del área superficial de las cenizas volantes modificadas.

Figura 29

Influencia de la concentración y tiempo de agitación en el incremento del área superficial



Con respecto a la influencia de la concentración de NaOH en el incremento del área superficial, inicialmente se incrementa levemente hasta un máximo luego disminuye moderadamente hasta llegar a 2,5 M de concentración. En cuanto tiempo de agitación, en el inicio se incrementa notoriamente hasta un máximo luego disminuye hasta un mínimo a los 90 minutos de agitación.

4.4. Respecto a la remoción de iones Cd (II)

Para esta etapa, se utilizó la ceniza volante modificada con el mayor valor de área superficial, siendo de 33,99 m²/g correspondiente a la muestra 7 (BETCVM-7).

Conforme a la tabla 18 se describen los resultados de la remoción de iones Cd (II) de acuerdo al diseño factorial del tipo 3²; en ella se evidencia que el mayor grado de remoción de Cd (II) se presenta en la muestra 8 (RCd-8) con un 99,75 % y con condiciones de operación favorables de 30 minutos y 600 rpm de velocidad de agitación. En el anexo C se tiene los resultados de la concentración inicial de la solución de iones Cd (II) y la concentración final luego del proceso de remoción.

Tabla 18

Resultados de la remoción de iones Cd (II) según el diseño factorial 3²

Muestra	Tiempo de agitación (min)	Velocidad de agitación (rpm)	[Cd ²⁺] i ppm	% de remoción de [Cd ²⁺]
RCd-1	30	400	0,31	99,72
RCd-2	30	800	0,29	99,74
RCd-3	60	800	0,33	99,70
RCd-4	90	400	0,31	99,72
RCd-5	90	800	0,33	99,70
RCd-6	90	600	0,40	99,64
RCd-7	60	600	0,35	99,68
RCd-8	30	600	0,28	99,75
RCd-9	60	400	0,38	99,65

Nota. La nomenclatura RCd-x, significa remoción de iones cadmio iones (II) en la muestra x

El pH inicial de la solución de iones Cd (II) fue de 5,44 y el pH promedio de las soluciones remanentes en el proceso de remoción fue de 7,61. En el anexo D se detallan las masas utilizadas de las cenizas volantes modificadas y los resultados de pH para cada ensayo de remoción.

4.5. Respecto a la influencia de tiempo y velocidad de agitación

El nivel de influencia de las variables tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II), optimización y otros efectos, se evaluaron en función al porcentaje de remoción por la metodología de superficie respuesta (MSR).

4.5.1. Análisis de varianza para el porcentaje de remoción

Para el porcentaje de remoción de iones Cd (II) el ANOVA se detalla en la tabla 19, según esta tabla se observa que particiona la variación del porcentaje de remoción de iones Cd (II) en piezas independientes para cada uno de los efectos, probándose estadísticamente la significancia para cada efecto comparando su cuadrado medio versus el estimado del error experimental. En ello se detectó, que cero efectos presentan un valor-P menor que 0,05, mostrando que son significativamente diferentes del valor de cero con un grado de confianza del 95,0 %.

Así mismo, el estadístico R-Cuadrado señala que el modelo, así corregido, explica 65,49 % de la variabilidad en el porcentaje de remoción de iones Cd (II). Para el estadístico R-cuadrado ajustada, considerado el más adecuado para contrastar modelos con diferente número de variables independientes, es 7,99 %. Adicionalmente el error estándar del aproximado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,0362093.

El error central absoluto (MAE) de 0,018518 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si se dan alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos. Puesto que el valor-

P es mayor que 5,0 %, no hay información de autocorrelación serial en los residuos con un grado de significancia del 5,0 %.

Tabla 19

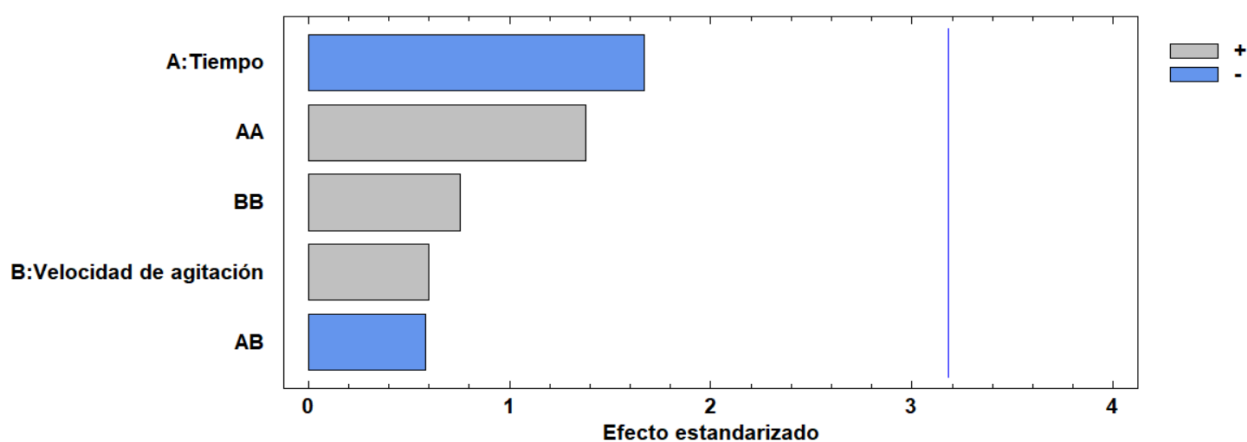
Análisis de varianza para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)

Fuente	Suma de cuadrados	G ₁ cuadrado	Cuadrado medio	F-ratio	P-valor
A: Tiempo	0,00375	1	0,00375	2,85	0,1894
B: Velocidad de agitación	0,00041666	1	0,00041666	0,32	0,6123
AA	0,00245	1	0,00245	1,87	0,2651
AB	0,0004	1	0,0004	0,31	0,6192
BB	0,00045	1	0,00045	0,34	0,5991
Error Total	0,003933	3	0,0013111		
Total (corr.)	0,0114	8			

La carta estandarizada de Pareto de la figura 30 dado para el porcentaje de remoción de Cd (II), confirma los resultados de ANOVA del nivel de significancia de las variables independientes en la remoción de iones Cd (II), se observa que las dos variables, tiempo y velocidad de agitación no superan la línea vertical de significancia en 3.20; indicando que las dos variables no tienen efecto muy importante en el porcentaje de remoción; sin embargo, se señala que el efecto tiempo supera a la velocidad de agitación.

Figura 30

Carta estandarizada de Pareto para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)



Los efectos de cada una de las interacciones evaluados en el porcentaje de remoción de iones Cd (II) se dan en la tabla 20, ahí se detalla el error individual de cada uno de las consecuencias e interacción de las variables independientes en el proceso de la remoción

Tabla 20

Efectos estimados para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)

Efecto	Estimado	Error Estándar
Promedio	= 99,6667	+/- 0,0269888
A: Tiempo	= -0,05	+/- 0,0295647
B: Velocidad de agitación	= 0,0166667	+/- 0,0295647
AA	= 0,07	+/- 0,0512076
AB	= -0,02	+/- 0,0362093
BB	= 0,03	+/- 0,0512076

Los efectos de las dos variables involucradas en el porcentaje de remoción de iones Cd (II) dados en la tabla 20, presenta la siguiente característica: la variable tiempo en el proceso de remoción presenta efecto negativo de -0,05 %; la variable velocidad de agitación presenta un efecto positivo de 0,0167 %; la interacción tiempo por tiempo presenta efecto positivo de 0,07 %; la interacción tiempo por velocidad de agitación presenta efecto negativo de -0,02 % y finalmente la interacción velocidad de agitación por velocidad de agitación presenta un efecto positivo de 0,03 %. Se afirma que, la variable tiempo de agitación presenta mayor efecto con 0,0167 % en comparación con el efecto negativo de tiempo con -0,05 %, todo ello referido para el porcentaje de remoción de iones Cd (II).

4.5.2. Coeficientes de regresión para el porcentaje de remoción

En la tabla 21 se reportan la información de los coeficientes de regresión para la variable respuesta porcentaje de remoción de iones Cd (II).

Tabla 21

Coeficientes de regresión para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)

Coeficiente	Estimado
Constante	99,9067
A: Tiempo	-0,0045
B: Velocidad de agitación	-0,000308333
AA	0,0000388889
AB	-0,00000166667
BB	$3,75 \times 10^{-7}$

Los datos del diseño experimental se ajustaron al siguiente modelo de regresión:

$$y = 99,9067 - 0,0045x_1 - 0,000308333x_2 + 0,0000388889x_1^2 - 0,00000166667x_1x_2 + 3,75x10^{-7}x_2^2.$$

Dónde:

y: porcentaje de remoción de iones Cd (II).

x_1 : tiempo.

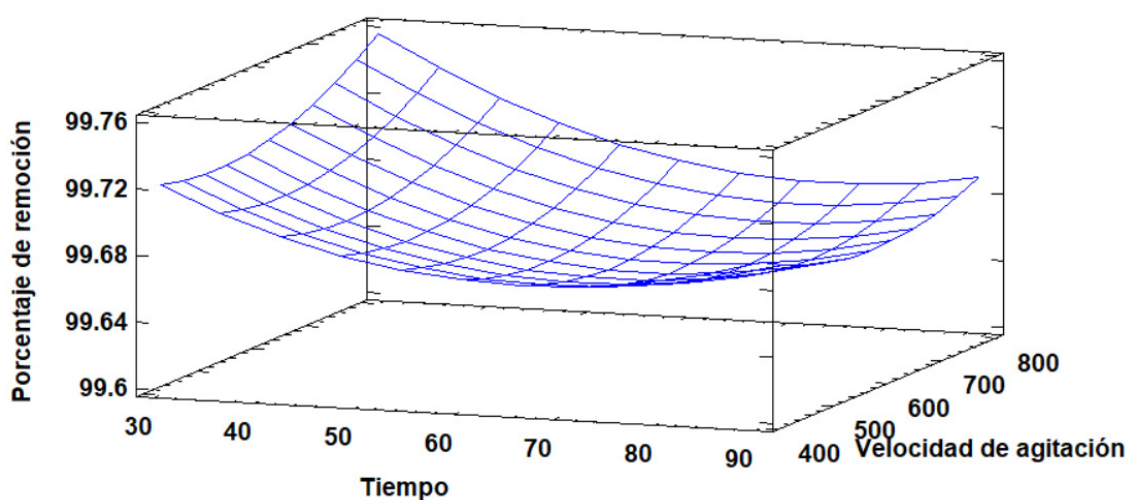
x_2 : velocidad de agitación.

4.5.3. Superficie de respuesta para el porcentaje de remoción

En la figura 31 se visualiza en forma tridimensional el diagrama de superficie respuesta para el porcentaje de remoción de Cd (II), se observa la máxima remoción de iones Cd (II); así mismo, se muestra la distribución del porcentaje de remoción en función de tiempo y velocidad de agitación.

Figura 31

Diagrama de superficie de respuesta para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)



4.5.4. Gráfica de contornos para el porcentaje de remoción

Los valores de tiempo y velocidad de agitación del resultado optimizado para el porcentaje de remoción de iones Cd (II) se reportan en la tabla 22.

Tabla 22

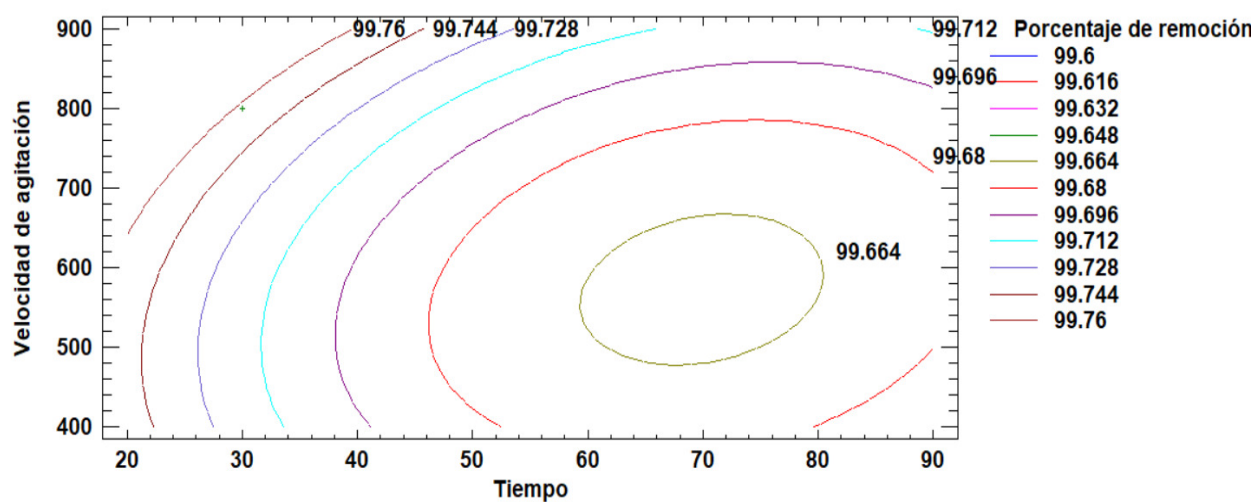
Resultado optimizado para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)

Factor	Bajo	Alto	Optimo
Tiempo (min)	30	90	30,0
Velocidad de agitación (rpm)	400,0	800,0	800,0

En la figura 32 se reporta la gráfica de contornos, en ella se visualización el punto donde se maximiza el porcentaje de remoción de iones Cd (II), y las condiciones óptimas de operación en el proceso de remoción.

Figura 32

Gráfica de contornos estimada para el porcentaje de remoción de iones Cd (II)



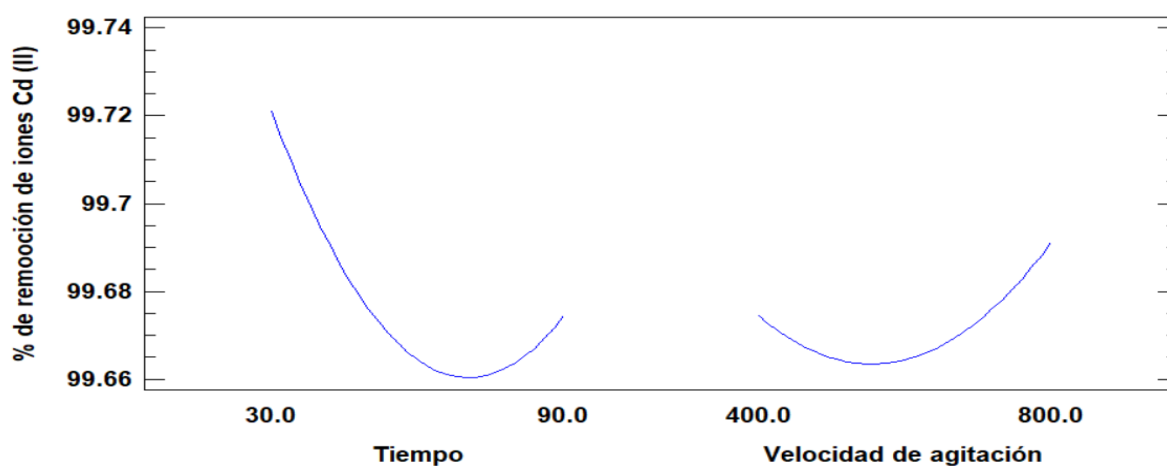
Las condiciones óptimas en el proceso de remoción fueron de 30 minutos de tiempo de agitación, 800 rpm de velocidad de agitación y 99,76 % de remoción de iones Cd (II).

4.5.5. *Análisis de influencia del tiempo y velocidad de agitación*

En la figura 33 se tiene la gráfica que señala la influencia del tiempo y de la velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II).

Figura 33

Influencia de tiempo y velocidad de agitación en el porcentaje de remoción



Con respecto a la influencia del tiempo de remoción, el % de remoción disminuye notoriamente hasta un mínimo luego de ello incrementa hasta llegar al tiempo de 90 minutos. En cuanto al a la velocidad de agitación, en el inicio disminuye levemente hasta un mínimo luego se incrementa a un máximo hasta llegar a 800 rpm.

V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Respecto a la hipótesis específico 1: “La composición mineralógica y área superficial permite la caracterización inicial de las cenizas volantes proveniente de la industria del cocido de ladrillos”, por difracción de rayos X se pudo caracterizar mineralógicamente a la ceniza volante en su condición inicial, en la tabla 12 se evidencia que presenta dos tipos de minerales; 92,53 % de cuarzo (SiO_2) y de 7,47 % de moscovita ($\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), adicionalmente en el difractograma de la figura 6 para la ceniza volante presentan picos típicos que la identifican en el rango de 2θ de 20° a 28° .

Con respecto a la caracterización de las cenizas volantes, autores como Yang et al. (2019) usando DRX determinaron que las cenizas volantes presentan dos componentes principales mullita y cuarzo; Iqbal et al. (2019) con la ceniza volante estudiado, identificaron dos componentes mayoritarios cuarzo y mullita; y Joseph et al (2020) al determinar las propiedades fisicoquímicas de las cenizas volantes encontraron por DRX que está constituido por cuarzo y mullitas. Por tanto, la composición mineralógica es una forma de caracterizar un material sólido, en todos los análisis por DRX se demuestra que el cuarzo es un mineral que se encuentra en las cenizas volantes, su presencia y alto contenido de SiO_2 le permite ser utilizado como materia prima para obtener materiales adsorbentes.

El área superficial determinado por el método BET de la ceniza volante inicial fue de $8,59 \text{ m}^2/\text{g}$, algunos investigadores como: Amaya et al. (2005) reportaron $10 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial de la ceniza volante sin tratar; Parra-Huertas et al. (2023) encontraron un área superficial de $6 \text{ m}^2/\text{g}$; Langauer et al. (2021) usaron dos tipos de cenizas volantes a partir de dos tipos de carbones, sus áreas superficiales fueron de 0,8 y $3,6 \text{ m}^2/\text{g}$; Joseph et al. (2020) reportan $2,0 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial para la ceniza volante y Gjyli et al. (2021) reportaron en su investigación de $1,5 \text{ m}^2/\text{g}$ para el área superficial. Según lo reportado y comparado con la

literatura, el área superficial de la ceniza volante utilizada en la presente investigación se encuentra dentro del rango de los valores encontrados de las cenizas volantes. Por otro lado, en la tabla 11 se tiene resultados de la evaluación de la capacidad de adsorción de la ceniza volante en su condición inicial, se evidencia que removió 20 % en promedio de iones Cd (II), afirmamos que la ceniza volante en su condición inicial posee propiedad adsorbente.

Considerando a la hipótesis específica 2: “Las condiciones de operación favorables del tratamiento con NaOH a diversas concentraciones y tiempos de agitación permiten la modificación del área superficial de las cenizas volantes para mejorar la capacidad de adsorción”, a través del diseño factorial del tipo 3^2 y según los resultados dados en la tabla 13, se evidencia que la muestra 7 (BETCVM-7) ha sufrido la modificación del área superficial y presenta el valor más alto de área superficial con 33,99 m²/g, resultado que nos permite determinar las condiciones de operación favorables en la modificación del área superficial; siendo de 2,0 M de concentración de NaOH y 60 minutos de tiempo de agitación. Por metodología de superficie respuesta se determinó las condiciones de operación óptima; siendo de 1,93 M para la concentración de NaOH, 60,52 minutos de agitación y de 33,92 m²/g de área superficial.

En cuanto a la modificación química de las cenizas volantes, en la tabla 12 se presentan los resultados de la composición mineralógica. En la referida tabla se observan que, las muestras de cenizas volantes modificadas DRX-1 y 7 presentan 05 minerales; las muestras DRX-2, 3, 4, 5, 6 y 8 presentan 04; y la muestra DRX-9 presentan solo tres. Adicionalmente, se encontró que las muestras DRX-1, 3, 5, 6, 7 y 8, formaron zeolitas en pequeñas cantidades; la muestra DRX-4 formo la zeolita Faujasita; y las muestras DRX-1, 2, 4, y 9 formaron sodalita. Con respecto a la formación de nuevas fases cristalinas y de zeolitas; según Joseph et al. (2020) afirma que la formación de zeolitas o nuevas fases cristalinas, se da cuando las fases amorfas después del envejecimiento se reorganizan y luego de ello se da la nucleación para el

crecimiento y formación de nuevos cristales; finalmente Ren et al. (2018) señala que el aluminosilicato amorfo y las fases cristalinas insolubles se transformaron completamente en zeolita A con una alta cristalización del 94 %.

La ceniza volante modificada de mayor área superficial fue de 33,99 m²/g correspondiente a la muestra 7 (BETCVM-7), valor que se incrementó en un factor de 4 comparado con la ceniza volante en la condición inicial. Según estudios realizados en la obtención de materiales adsorbentes a partir de cenizas volantes: Ren et al. (2018) obtuvieron zeolita A monofásica con un área de superficie de 43,7 m²/g mediante el método hidrotermal de fusión alcalina; Wulandari et al. (2019) obtuvieron zeolita A con tratamiento inicial de fusión alcalina seguida de un método hidrotermal, que mostro un área superficial de 37,12 m²/g; Iqbal et al. (2019) sintetizaron zeolita 4A en fase pura a partir de cenizas volantes de carbón, los análisis del área superficial mostraron un área de 122 m²/g y Makgabutlane et al. (2020) mediante tratamiento en microonda y ultrasonido obtuvieron sodalita en fase pura con un área superficial de 16 m²/g. Como se observa en los tratamientos efectuados a la ceniza volante en las diversas investigaciones, se obtuvieron valores diferentes de área superficial, por lo que afirmamos que el tratamiento en medio térmico alcalino de las cenizas volantes, provoca la modificación del área superficial de las cenizas volantes.

Referido a la hipótesis específica 3: “El análisis de la concentración de NaOH y tiempos de agitación nos permite conocer la influencia en la modificación del área superficial de las cenizas volantes”, por la metodología de superficie respuesta se analizó la influencia de la concentración NaOH y del tiempo agitación en la modificación del área superficial. La influencia de ambas variables se visualiza en la figura 29; ahí se observa que, al aumentar la concentración de NaOH hasta el segundo nivel, se incrementa el área superficial hasta un máximo, luego de ello disminuye hasta llegar al nivel 3. La influencia del tiempo de agitación presenta la misma característica, al pasar del nivel 1 a 2, el área superficial se incrementa hasta

un máximo luego disminuye hasta llegar al nivel 3. De acuerdo a Gonzales et al. (2014), encontraron que la concentración de NaOH y el tiempo de la reacción son factores más importantes en la modificación de las cenizas volantes para la obtención de materiales adsorbentes (incluido la formación de zeolitas). Concluimos que ambas variables independientes tienen influencia positiva en el incremento del área superficial de las cenizas modificadas; así mismo, según resultados y a la información de otros trabajos muestran que el hidróxido de sodio (NaOH) es un agente activador importante en la modificación hidrotérmica de las cenizas volantes.

Concerniente a la hipótesis específico 4: “Usando cenizas volantes modificadas las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación permite un alto grado en la remoción de Cd (II)”, según los resultados de la tabla 18 de la remoción usando cenizas modificadas, se evidencia que la muestra RCd-8 presenta un alto grado de remoción de iones Cd (II) siendo de 99,75 %, bajo las condiciones de operación favorable de: 30 minutos y 600 rpm de velocidad de agitación. Por metodología de superficie de respuesta se determinó que las condiciones óptimas de remoción fueron de 30 minutos, 800 rpm y 99,76 % de remoción. Según resultados de la tabla 11 sobre la remoción de las cenizas volantes en su condición inicial se removió 20 % en promedio de iones Cd (II); usando la ceniza modificada se logró incrementar en 5 veces el grado de remoción de iones Cd (II). En cuanto a la remoción de iones metálicos usando cenizas volantes para la obtención de materiales adsorbentes: Yang et al. (2019), obtuvieron zeolita 4A pura utilizando cenizas volante, evaluaron la eficiencia de la eliminación de Cu^{2+} en solución acuosa por la zeolita sintetizada; He et al. (2020), utilizaron cenizas de carbón mineral para sintetizar una nueva zeolita tipo A, el cual fue altamente eficiente como adsorbente, eliminaron hasta el 94 % de iones Ni^{2+} en aguas residuales y Joseph et al. (2020) obtuvieron zeolita del tipo FAU preparadas a partir de cenizas volantes de carbón, demostraron la eficacia de la zeolita para la adsorción de iones de metales en el orden: $\text{Pb (II)} > \text{Cu (II)} >$

$\text{Cd (II)} > \text{Zn (II)} > \text{Co (II)}$. Como se ha descrito, las cenizas volantes son materiales de partida para la obtención de materiales adsorbentes y de zeolitas, las cuales son aplicados en la remoción de metales pesados en efluentes líquidos; con este tipo de aplicación se cumple con uno de los objetivos de la economía circular, de dar un valor agregado a un material considerado como contaminante sólido.

Respecto a la hipótesis específico 5: “El análisis del tiempo y velocidad de agitación nos permite conocer la influencia en la remoción de Cd iones (II) usando cenizas volantes modificadas”, de acuerdo a los resultados experimentales utilizando ceniza volante modificada se removió el 99,75 % de iones Cd (II); por metodología de superficie respuesta, se obtuvo resultados del análisis de la influencia del tiempo y velocidad de agitación en la remoción de Cd (II). En la figura 33 se visualiza la influencia del tiempo y velocidad de agitación en el porcentaje de remoción de iones Cd (II). En caso de la variable tiempo de remoción: si se incrementa en los dos primeros niveles el porcentaje de remoción disminuye drásticamente hasta un mínimo, y con el tercer nivel de tiempo el porcentaje de remoción se incrementa levemente. Respecto a la influencia de la velocidad de agitación, cuando esta se incrementa hasta el segundo nivel el porcentaje de remoción disminuye levemente; y cuando se llega al tercer nivel, el porcentaje de remoción aumenta notoriamente. Según los resultados obtenidos, la influencia individual de la velocidad de agitación, presenta mayor efecto de influencia en el porcentaje de remoción de iones Cd (II).

VI. CONCLUSIONES

1. La caracterización de las cenizas volantes por difracción de rayos X identifico dos tipos de minerales, con 92,53 % de cuarzo (SiO_2) y de 7,47 % de moscovita ($\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), según su difractograma presentan picos típicos que la identifican y de 8,59 m^2/g de área superficial determinado por el método BET.
2. Las condiciones de operación favorable para la modificación de las cenizas volantes, siendo de 2,0 M para la concentración de NaOH, de 60 minutos de agitación y 33,99 m^2/g de área superficial; y por la metodología de superficie respuesta (MSR) se determinó las condiciones óptimas de operación siendo de: 1,93 M de la concentración de NaOH, de 61,52 minutos de tiempo de agitación y de 33,92 m^2/g de área superficial.
3. Por la metodología de superficie respuesta (MSR) se analizó el nivel de influencia de la concentración de NaOH y tiempo de agitación en la modificación del área superficial de las cenizas volantes; ambas variables presentan el mismo tipo de influencia, sin embargo, la variable concentración de NaOH presenta mejor influencia debido a que el área superficial no logra llegar a un valor mínimo.
4. Las condiciones de operación favorables en la remoción de iones Cd (II) fue de: 30 minutos de remoción, 600 rpm de velocidad de agitación y de 99,75 % de remoción; y por la metodología de superficie respuesta (MSR) se determinó las condiciones óptimas, siendo de: 30 minutos, 800 rpm de velocidad de agitación y 99,76 % de remoción.
5. Por la metodología de superficie respuesta (MSR) se analizó el nivel de influencia de tiempo y la velocidad de agitación en el grado de remoción de iones Cd (II); se encontró que ambas variables presentan influencia, el primero presenta influencia negativa y la segunda, influencia positiva, siendo la variable velocidad de agitación la que tiene mejor influencia para el incremento del porcentaje de remoción.

6. Las condiciones de operación favorable en la modificación del área superficial fue de 2 M 60 minutos y 33,99 m²/g de área superficial; y para el proceso de remoción fue de 30 minutos, 600 rpm de velocidad de agitación y de 99,75 % cumpliendo así el objetivo general de la investigación, el cual constituye un aporte al desarrollo de la economía circular dentro de la industria del cocido de ladrillos y es consistente con el fin del objetivo 12 de Desarrollo Sostenible, sobre la producción y consumo responsable.

VII. RECOMENDACIONES

1. Evaluar la modificación química de la fracción gruesa de las cenizas de la combustión del carbón mineral con soluciones de NaOH, para la obtención de materiales adsorbentes.
2. Utilizar las cenizas volantes como materia prima en la obtención de zeolitas y otros materiales adsorbentes de mayor área superficial utilizando pequeños reactores de acero inoxidable a temperatura y presiones altas.
3. Caracterizar a las cenizas volantes y las modificadas, por técnicas más especializados como fluorescencia de rayos X (DRXF), microscopia electrónica de barrido (SEM), espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), análisis térmico diferencial (DTA), termogravimetría (TG) entre otras técnicas de caracterización.
4. Utilizar las cenizas volantes de fondo producidas en la industria del cocido de ladrillos de la región de Ayacucho para su aplicación en la obtención de materiales adsorbentes.

VIII. REFERENCIAS

- Abbas, S., Saleem, M. A., Kazmi, S. M. S., & Munir, M. J. (2017). Production of sustainable clay bricks using waste fly ash: Mechanical and durability properties. *Journal of Building Engineering*, 14, 7-14. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2017.09.008>
- Alterary, S., & Marei, N. H. (2020). The Impact of Coal Fly Ash Purification on Its Antibacterial Activity. *Minerals*, 10(11), Article 11. <https://doi.org/10.3390/min10111002>
- Amaya, J., Tristancho, A., & Sánchez, F. (2005). Utilización de ceniza volante y catalizador FCC gastado en la recuperación de cromo (III) de los efluentes líquidos de las curtiembres. *Revista Ingeniería e Investigación*, 57, 39-48.
- Amoni, B. C., Freitas, A. D. L., Bessa, R. A., Oliveira, C. P., Bastos-Neto, M., Azevedo, D. C. S., Lucena, S. M. P., Sasaki, J. M., Soares, J. B., Soares, S. A., & Loiola, A. R. (2022). Effect of coal fly ash treatments on synthesis of high-quality zeolite A as a potential additive for warm mix asphalt. *Materials Chemistry and Physics*, 275, 125197. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.125197>
- Aparicio, M., & Carbajal, G. (2010). Utilidad de la difracción de rayos x en las nanociencias. *Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*, 3(2), 62-72.
- Boycheva, S., Zgureva, D., Lazarova, K., Babeva, T., Popov, C., Lazarova, H., & Popova, M. (2020). Progress in the Utilization of Coal Fly Ash by Conversion to Zeolites with Green Energy Applications. *Materials*, 13(9), Article 9. <https://doi.org/10.3390/ma13092014>
- Cardoso, A. M., Horn, M. B., Ferret, L. S., Azevedo, C. M. N., & Pires, M. (2015). Integrated synthesis of zeolites 4A and Na-P1 using coal fly ash for application in the formulation of detergents and swine wastewater treatment. *Journal of Hazardous Materials*, 287, 69-77. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2015.01.042>

- Carreño, E., Peña, G., & Ferrer Pacheco, M. Y. (2019). Zeolitas Sódicas y Potásicas a partir de Cenizas Volantes Provenientes de la Combustión del Carbón de la Termoeléctrica Termotasajero S.A.S. *Ciencia en Desarrollo*, 10(2), 219-219-233. Academic Search Ultimate. <https://doi.org/10.19053/01217488.v10.n2.2019.8035>
- Castañó, E., & Domínguez, J. (2010). *Diseño de experimentos: Estrategias y análisis en ciencias e ingeniería* (Primera edición). Universidad Autónoma de Querétaro.
- Chang, R., & Goldsby, K. A. (2013). *Química* (11va Edición). Mc Graw Hill. Interamericana editores S.A. de C.V.
- Feng, W., Wan, Z., Daniels, J., Li, Z., Xiao, G., Yu, J., Xu, D., Guo, H., Zhang, D., May, E. F., & Li, G. (Kevin). (2018). Synthesis of high quality zeolites from coal fly ash: Mobility of hazardous elements and environmental applications. *Journal of Cleaner Production*, 202, 390-400. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.08.140>
- Fukasawa, T., Horigome, A., Tsu, T., Karisma, A. D., Maeda, N., Huang, A.-N., & Fukui, K. (2017). Utilization of incineration fly ash from biomass power plants for zeolite synthesis from coal fly ash by hydrothermal treatment. *Fuel Processing Technology*, 167, 92-98. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2017.06.023>
- Gene Beltrán, J. M. (2018). Evaluación de la reactividad de cenizas volantes en pastas de cal para reducir su impacto ambiental. *instname: Universidad de los Andes*. <https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/34739>
- Gjyli, S., Korpa, A., Teneqja, V., Siliqi, D., & Belviso, C. (2021). Siliceous Fly Ash Utilization Conditions for Zeolite Synthesis. *Environmental Sciences Proceedings*, 6(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/iecms2021-09359>
- Gutiérrez, H., & De La Vara, R. (2012). *Análisis y diseño de experimentos* (tercera edición). Mc Graw Hill. Interamericana editores.

- He, X., Yao, B., Xia, Y., Huang, H., Gan, Y., & Zhang, W. (2020). Coal fly ash derived zeolite for highly efficient removal of Ni^{2+} in waste water. *Powder Technology*, 367, 40-46. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.11.037>
- Hernández, R., Fernández, C., & Baptista, P. (2014). *Metodología de la investigación* (6ta edición). Mc Graw Hill/Interamericana editores.
- Iqbal, A., Sattar, H., Haider, R., & Munir, S. (2019). Synthesis and characterization of pure phase zeolite 4A from coal fly ash. *Journal of Cleaner Production*, 219, 258-267. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.02.066>
- Joseph, I. V., Tosheva, L., & Doyle, A. M. (2020). Simultaneous removal of Cd(II) , Co(II) , Cu(II) , Pb(II) , and Zn(II) ions from aqueous solutions via adsorption on FAU-type zeolites prepared from coal fly ash. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(4), 103895. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.103895>
- Kunecki, P., Panek, R., Wdowin, M., & Franus, W. (2017). Synthesis of faujasite (FAU) and tischernichite (LTA) type zeolites as a potential direction of the development of lime Class C fly ash. *International Journal of Mineral Processing*, 166, 69-78. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2017.07.007>
- Längauer, D., Čablík, V., Hredzák, S., Zubrik, A., Matik, M., & Danková, Z. (2021). Preparation of Synthetic Zeolites from Coal Fly Ash by Hydrothermal Synthesis. *Materials*, 14(5), Article 5. <https://doi.org/10.3390/ma14051267>
- Liu, J., Mwamulima, T., Wang, Y., Fang, Y., Song, S., & Peng, C. (2017). Removal of Pb(II) and Cr(VI) from aqueous solutions using the fly ash-based adsorbent material-supported zero-valent iron. *Journal of Molecular Liquids*, 243, 205-211. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.08.004>

- Liu, Y., Wang, G., Wang, L., Li, X., Luo, Q., & Na, P. (2019). Zeolite P synthesis based on fly ash and its removal of Cu(II) and Ni(II) ions. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 27(2), 341-348. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2018.03.032>
- Makgabutlane, B., N. Nthunya, L., Musyoka, N., S. Dladla, B., N. Nxumalo, E., & D. Mhlanga, S. (2020). Microwave-assisted synthesis of coal fly ash-based zeolites for removal of ammonium from urine. *RSC Advances*, 10(4), 2416-2427. <https://doi.org/10.1039/C9RA10114D>
- Miricioiu, M. G., & Niculescu, V.-C. (2020). Fly Ash, from Recycling to Potential Raw Material for Mesoporous Silica Synthesis. *Nanomaterials*, 10(3), Article 3. <https://doi.org/10.3390/nano10030474>
- Naciones Unidas. (2015). Desarrollo Sostenible, Objetivo 12: Producción y consumo responsable. *Desarrollo Sostenible*. <https://www.un.org/sustainabledevelopment/es/sustainable-consumption-production/>
- Nations United. (1987). *Sostenibilidad | Naciones Unidas*. United Nations; United Nations. <https://www.un.org/es/impacto-acad%C3%A9mico/sostenibilidad>
- Norma Española AENOR. (s. f.). *UNE-en 450-1:2006+A1 Norma Española*.
- Norma Técnica Española, UNE-EN-450. (2008). *Norma Técnica Española UNE-EN-450-1:2006+A1:2008*.
- Ortiz Medina, Ó. L., Agudelo Valencia, R. N., Tovar Castañeda, L. M., & Gutiérrez Camargo, N. G. (2018). Evaluación de cenizas volantes como material adsorbente para la remoción de Pb²⁺ en solución acuosa. *Mutis*, 8(2), 47-47-56. Directory of Open Access Journals. <https://doi.org/10.21789/22561498.1410>
- Parra Soto, J. (2013). Aplicabilidad de la ecuación de BET a sólidos de textura diversa. *Materiales en adsorción y catálisis*, N° 6 octubre 2013, 14.

- Parra-Huertas, R. A., Calderón-Carvajal, C. O., Gómez-Cuaspud, J. A., & Vera-López, E. (2023). Synthesis and characterization of Faujasite-Na from fly ash by the fusion-hydrothermal method. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2023.01.004>
- Pérez, P., & Azcona, M. (2012). *Los efectos del cadmio en la salud*. 8.
- Ren, X., Xiao, L., Qu, R., Liu, S., Ye, D., Song, H., Wu, W., Zheng, C., Wu, X., & Gao, X. (2018). Synthesis and characterization of a single phase zeolite A using coal fly ash. *RSC Advances*, 8(73), 42200-42209. <https://doi.org/10.1039/C8RA09215J>
- Rodríguez, F. (2010). Problemas más habituales en el uso de la adsorción física como técnica de caracterización de sólidos porosos. *Materiales en adsorción y catálisis*, N° 0 setiembre 2010, 13.
- Romano, M. S. (2020). *Remoción de metales pesados de efluentes líquidos industriales utilizando residuos de biomasa como bioadsorbentes e inmovilización en matrices cerámicas*. <http://ria.utn.edu.ar/xmlui/handle/20.500.12272/4848>
- Sánchez Barrón, G., & Casermeiro Martínez, M. Á. (2016). *Ecotoxicología del cadmio*. 23.
- Sánchez Carlessi, H., Reyes Romero, C., & Mejía Sáenz, K. (2018). Manual de términos en investigación científica, tecnológica y humanística. *Universidad Ricardo Palma*. <https://repositorio.urp.edu.pe/handle/20.500.14138/1480>
- Sivalingam, S., & Sen, S. (2018). Optimization of synthesis parameters and characterization of coal fly ash derived microporous zeolite X. *Applied Surface Science*, 455, 903-910. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.05.222>
- Skoog, D., Holler, J., & Crouch, S. (2008). *Principios de análisis instrumental* (Sexta edición). Cengage Learning.
- Tauanov, Z., Shah, D., Inglezakis, V., & Jamwal, P. K. (2018). Hydrothermal synthesis of zeolite production from coal fly ash: A heuristic approach and its optimization for

- system identification of conversion. *Journal of Cleaner Production*, 182, 616-623.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.02.047>
- Valeev, D., Kunilova, I., Alpatov, A., Mikhailova, A., Goldberg, M., & Kondratiev, A. (2019). Complex utilisation of ekibastuz brown coal fly ash: Iron & carbon separation and aluminum extraction. *Journal of Cleaner Production*, 218, 192-201.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.342>
- Whiteside, M., & Herndon, J. (2018). Aerosolized Coal Fly Ash: Risk Factor for COPD and Respiratory Disease. *Journal of Advances in Medicine and Medical Research*, 26(7), 1-13. <https://doi.org/10.9734/JAMMR/2018/41627>
- Wulandari, W., Paramitha, T., Rizkiana, J., & Sasongko, D. (2019). Characterization of Zeolite A from Coal Fly Ash Via Fusion-Hydrothermal Synthesis Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 543(1), 012034.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/543/1/012034>
- Xiyili, H., Çetintaş, S., & Bingöl, D. (2017). Removal of some heavy metals onto mechanically activated fly ash: Modeling approach for optimization, isotherms, kinetics and thermodynamics. *Process Safety and Environmental Protection*, 109, 288-300.
<https://doi.org/10.1016/j.psep.2017.04.012>
- Yadav, V. K., & Fulekar, M. H. (2020). Advances in Methods for Recovery of Ferrous, Alumina, and Silica Nanoparticles from Fly Ash Waste. *Ceramics*, 3(3), Article 3.
<https://doi.org/10.3390/ceramics3030034>
- Yadav, V. K., Saxena, P., Lal, C., Gnanamoorthy, G., Choudhary, N., Singh, B., Tavker, N., Kalasariya, H., & Kumar, P. (2020). Synthesis and Characterization of Mullites From Silicoaluminous Fly Ash Waste. *International Journal of Applied Nanotechnology Research (IJANR)*, 5(1), 10-25. <https://doi.org/10.4018/IJANR.20200101.0a2>

Yang, L., Qian, X., Yuan, P., Bai, H., Miki, T., Men, F., Li, H., & Nagasaka, T. (2019). Green synthesis of zeolite 4A using fly ash fused with synergism of NaOH and Na₂CO₃. *Journal of Cleaner Production*, 212, 250-260.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.11.259>

IX. ANEXOS

ANEXO A



"Decenio de la Igualdad de Oportunidades para mujeres y hombres"
"Año de la Universalización de la Salud"

DIRECCIÓN DE LABORATORIOS

LABORATORIO DE RAYOS X

**REPORTE DE RESULTADOS N° 007-2020-INGEMMET/DL-LRX
(CODIGO INTERNO: 2020-0074)**

	SERVICIO	: 09 ESTUDIOS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X
	N° DE MUESTRAS	: 09
	SOLICITUD N°	: 004-2020-INGEMMET/DL-ATTIG
	PROYECTO	: ASISTENCIA TÉCNICA Y TECNOLÓGICA A LA INVESTIGACIÓN EN GEOCIENCIAS
	REFERENCIA	: CARTA N° 020-2020-UNSCH-FIQM/D
	SOLICITADO POR	: MTRO. LEÓN FERNANDO PÉREZ CHAUCA



San Borja, 13 de octubre de 2020

Ing. ANA LUZ CONDORHUAMAN SUAREZ
 Laboratorio de Rayos X
 Dirección de Laboratorios
 INGEMMET

I. INTRODUCCIÓN

A solicitud del Mtro. León Fernando Pérez Chauca, se realizaron 09 análisis de difracción de rayos X de acuerdo a la solicitud N° 004-2020-INGEMMET/DL-ATTIG (Ref: Carta N° 020-2020-UNSCH-FIQM/D), obteniéndose 09 difractogramas (1 por cada análisis) los cuales fueron analizados, identificando las fases cristalinas (minerales) en la muestra.

1. Objetivo

Identificar y cuantificar los minerales presentes en las muestras de la solicitud N° 004-2020-INGEMMET/DL-ATTIG, por medio de la técnica de Difracción de Rayos X,

2. Ensayos

La técnica de Difracción de Rayos X por el método de polvo es utilizada para la identificación y cuantificación de fases cristalinas (minerales). Los compuestos sin estructuras definidas (amorfos) no pueden ser estudiados ni cuantificados por esta técnica.

Una forma de expresar la difracción de rayos X en materiales cristalinos es mediante la Ley de Bragg, condición para que una familia de planos paralelos, regularmente separados en un cristal, refleje un haz de rayos X incidente (Fig. 1). Cada material cristalino tiene una estructura atómica característica, por lo tanto, difractarán los rayos X en un patrón característico único, conocido como difractograma o patrón de difracción.

Esta ley es expresada por la relación:

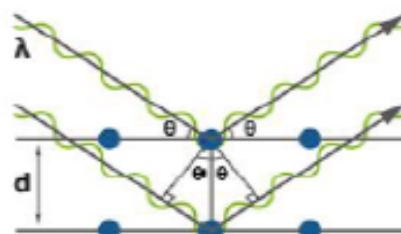


Figura N°1: Reflexión de Bragg mediante planos reticulares C_{hkl} .

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

Donde:

λ : es la longitud de onda de la radiación incidente, 1.5406 Å ya que contamos con tubo de rayos X de Cu.

d_{hkl} : es el valor de los espaciados reticulares de las fases cristalinas presentes.

$\sin \theta$: es el seno del ángulo de difracción.

Luego de la irradiación de la muestra en polvo con rayos X, en un rango angular de barrido determinado, se obtiene un gráfico llamado difractograma, en donde el eje X son los ángulos de incidencia de la radiación a la muestra (expresado en grados) y el eje Y es la intensidad de la radiación difractada (expresada en cuentas). En el difractograma se presentan picos de intensidad los cuales son producto de una interferencia constructiva producida por los planos reticulares de las fases cristalinas, donde se cumple la ley de Bragg.

Esta técnica como se mencionó anteriormente solo permite identificar y cuantificar estructuras cristalinas (ordenadas), es decir se podrá indicar la presencia de material no estructurado (amorfo). La cuantificación de los minerales presentes en cada muestra es calculada con respecto a la fracción cristalina de la muestra, sin considerar el componente amorfo presente.

3. Condiciones de medición

Se realizó en un difractómetro marca SHIMADZU, modelo XRD-7000, de ánodo de cobre, según las siguientes condiciones:

Tabla N° 01. Condiciones de medición

Tubo de Rayos X	
Tipo de ánodo	Cu
Energía	40 kV, 30mA
Condiciones de Medida	
Rango de Barrido	3° - 70°
Paso	0.02°
Tiempo por paso	0.6 s

II. PROCEDIMIENTO

1.- Irradiación.

Se colocó las muestras pulverizadas a malla -400, en su respectivo portamuestras, para luego introducirlo en el equipo e irradiarlas según las condiciones de medidas mencionadas, por un periodo aproximado de 35 min.

2.- Identificación y Cuantificación.

Para la identificación se utilizó la base de datos PDF4+ versión 2020, y se aplicó el método RIR (Reference Intensity Ratio) para la cuantificación utilizando el software Slevy+ de la ICDD (International Center of Diffraction Data)

3.- Estándar de Referencia Certificado.

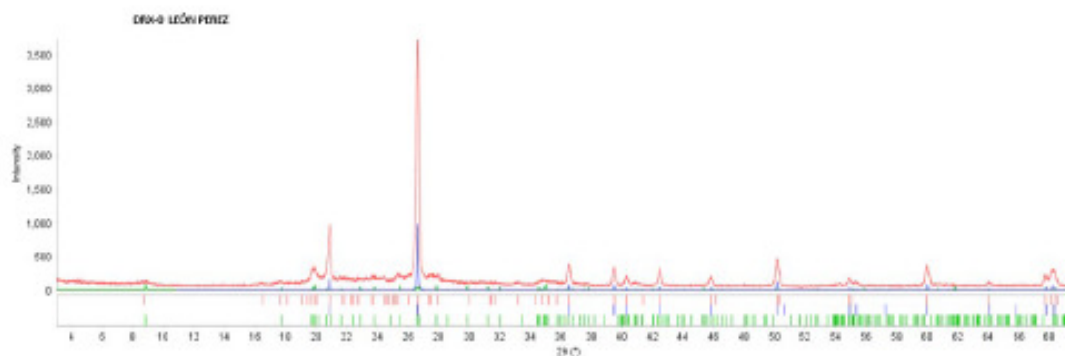
Para el análisis de muestras por difracción de rayos X se utiliza el polvo de silicio de código 640e, el cual es un patrón de referencia certificado por National Institute of Standards & Technology (NIST), el cual nos permite verificar la posición y forma de los picos de difracción. Esto nos permite verificar si los goniómetros están calibrados y si los parámetros en el arreglo experimental son óptimos.

Se verificó los siguientes valores de la posición de los picos:

$$\lambda=0.15405929 \text{ nm}$$

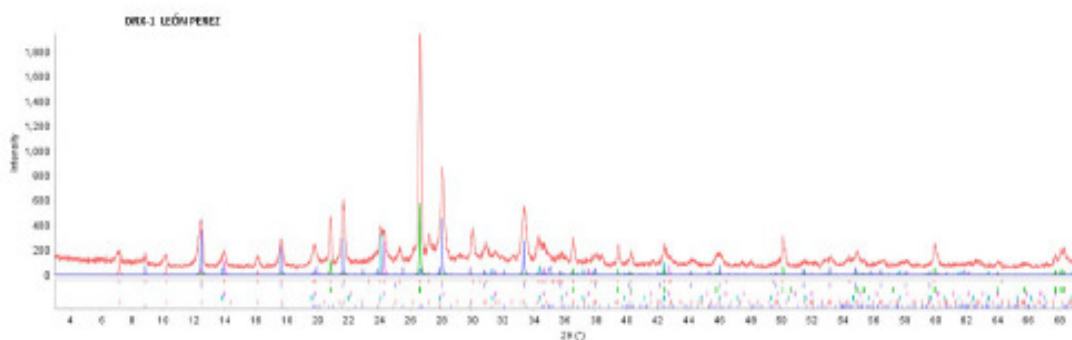
Tabla N° 03. Valores de posición de picos del estándar de referencia.

h	k	l	2 θ
1	1	1	28.4
2	2	0	47.3
3	1	1	56.1
4	0	0	69.1
3	3	1	76.3
4	2	2	88.0
5	1	1	94.9
4	4	0	106.7
5	3	1	114.1
6	2	0	127.5



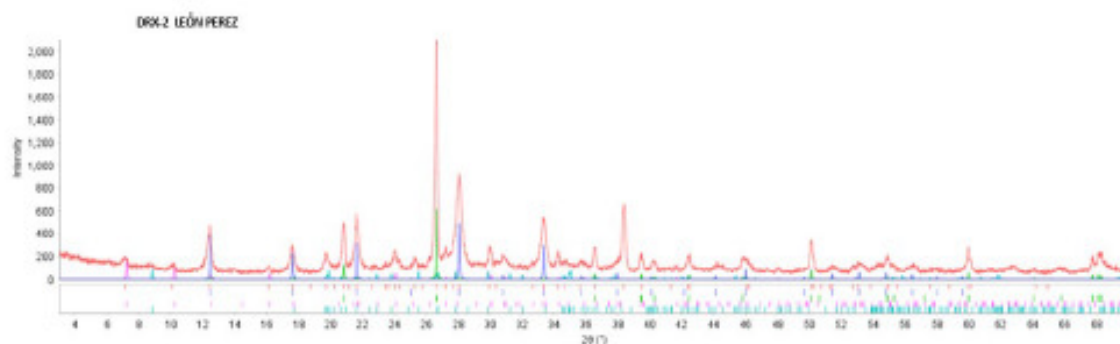
DRX-0 (Ceniza volante inicial)

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	92,53
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	7,47



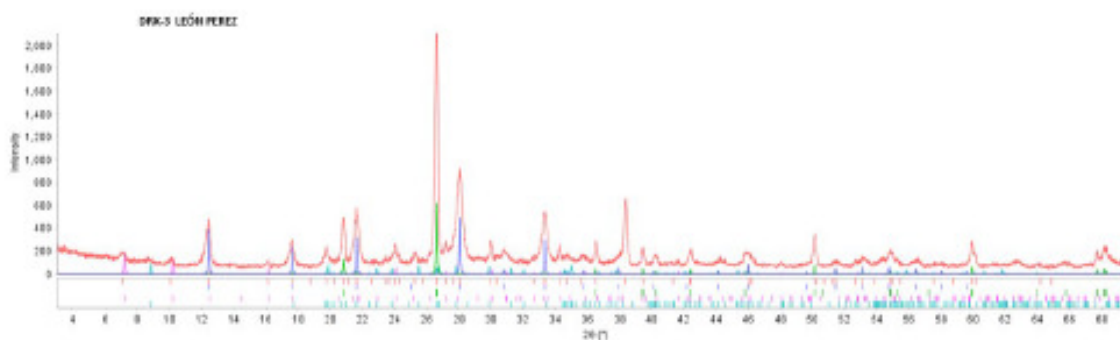
DRX-1

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	30,69
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	4,23
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	24,35
04	Sodalita	$(\text{Na}_{5,28}\text{K}_{1,40}\text{Ca}_{1,23})(\text{SiAlO}_4)_6((\text{SiO}_4)_{0,77}(\text{CO}_3)_{0,33}\text{Cl}_{0,94})$	17,98
05	Sodalita	$\text{Na}_6\text{Al}_6(\text{SiO}_4)_6\text{Cl}_2$	14,81
06	Zeolita	NaSiAlO_4	7,94



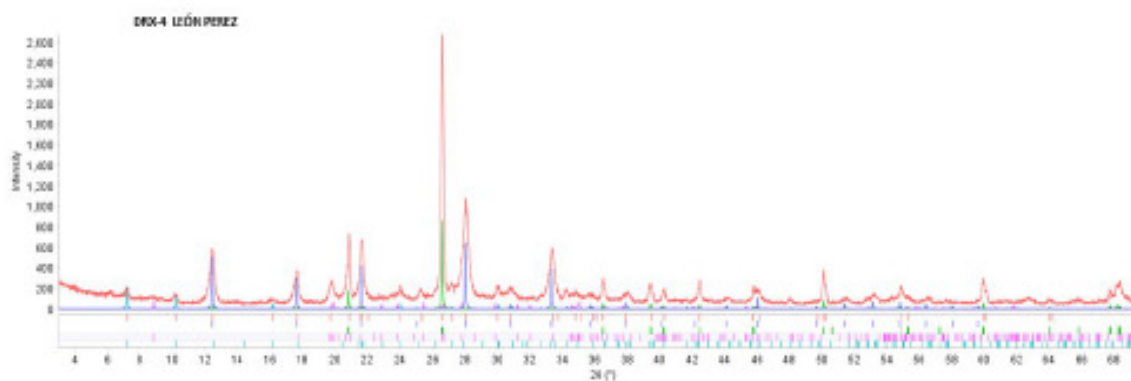
DRX-2

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	45,36
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	4,01
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	19,21
04	Sodalita	$\text{Na}_4\text{Al}_6(\text{SiO}_4)_6\text{Cl}_2$	31,42



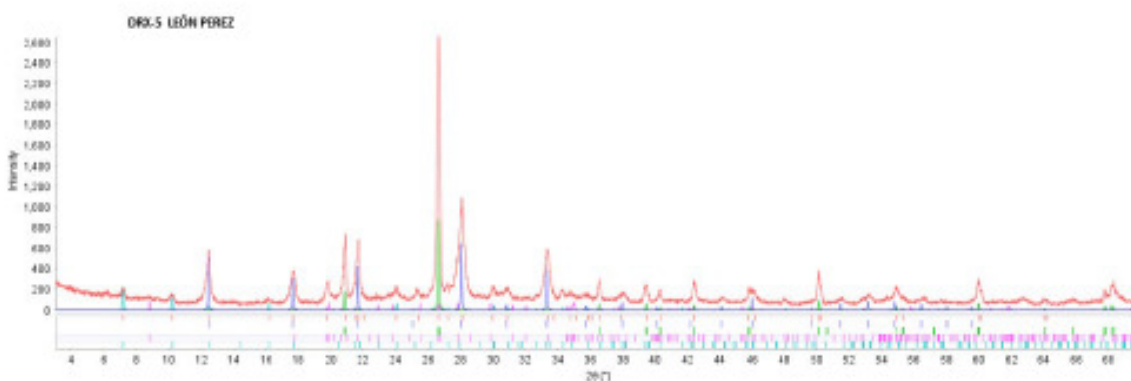
DRX-3

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	44,89
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	6,03
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	35,61
04	Zeolita	NaSiAlO_4	13,47



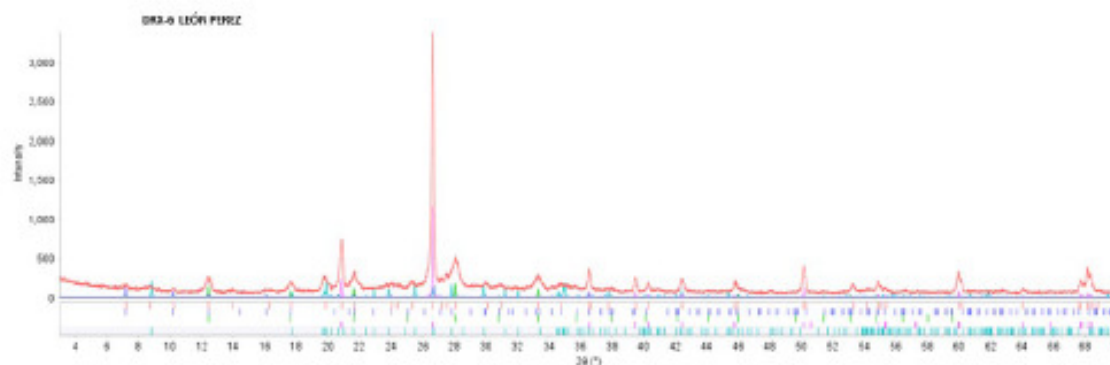
DRX-4

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	46,37
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	4,88
03	Sodalita	$\text{Na}_8\text{Al}_6(\text{SiO}_4)_6\text{Cl}_2$	40,43
04	Faujasita	$\text{Na}_{14}\text{Al}_{12}\text{Si}_{13}\text{O}_{51} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	8,32



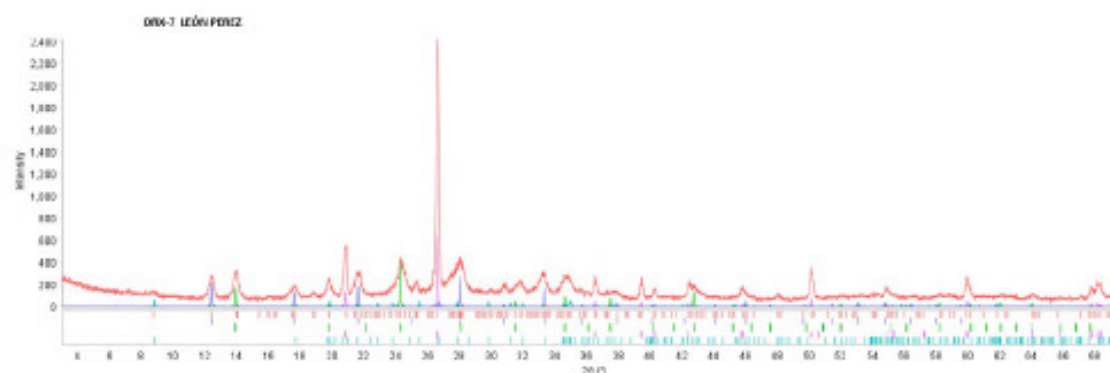
DRX-5

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	58,92
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	18,45
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	16,14
04	Zeolita	$\text{K}_{88,32}\text{H}_{2,08}(\text{Al}_{90,4}\text{Si}_{101,6}\text{O}_{384})$	6,49



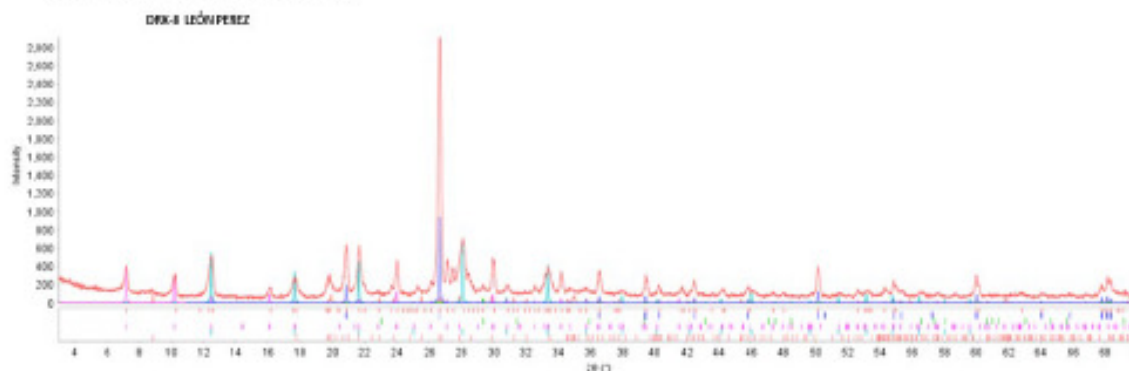
DRX-6

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	69,39
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	12,24
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	10,21
04	Zeolita	NaSiAlO_4	8,16



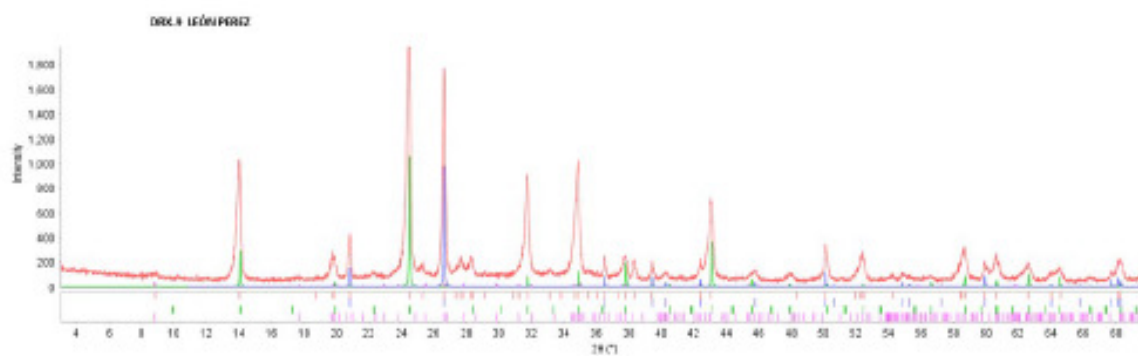
DRX-7

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	43,48
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	4,21
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	32,26
04	Zeolita	$\text{K}_{24,7}\text{Al}_{23,76}\text{Si}_{24,24}\text{O}_{96}$	18,23
05	Calcita	CaCO_3	1,82



DRX-8

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	47,53
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	4,51
03	Gismondina	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	35,97
04	Zeolita	$\text{K}_{88,32}\text{H}_{2,08} (\text{Al}_{90,4}\text{Si}_{101,6}\text{O}_{384})$	11,99



DRX-9

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Cuarzo	SiO_2	47,12
02	Moscovita	$\text{K}_{0,8}\text{Na}_{0,2}\text{Fe}_{0,05}\text{Al}_{2,95}\text{Si}_{3,1}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	1,92
03	Sodalita	$\text{Na}_8\text{Al}_6 (\text{SiO}_4)_6\text{Cl}_2$	50,96

ANEXO B

Muestra BETCV-0

Relative Pressure (p/p ⁰)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.003609151	2.742954731	-0.032072807
0.007347914	5.584414482	0.130459407
0.012068423	9.172001839	0.500266272
0.016966758	12.89473629	0.969925621
0.028068625	21.33215523	1.537860173
0.039239507	29.8220253	1.644644581
0.044504387	33.82333374	1.66834158
0.050677375	38.51480484	1.710605914
0.07297819	55.46342468	1.794286194
0.09575882	72.77670288	1.85743927
0.118655687	90.17832184	1.928402874
0.141442259	107.4961166	2.033144968
0.164175013	124.7730103	2.106121329
0.186809178	141.9749756	2.159092026
0.209528893	159.2419586	2.253045313
0.232206325	176.4768066	2.360971248
0.255047889	193.8363953	2.412931352
0.27783428	211.1540527	2.49253531
0.300552167	228.4196472	2.595490852
0.369085091	280.5046692	2.802653879
0.437568665	332.5521851	3.093148108
0.506491892	384.9338379	3.358790376
0.574850303	436.8862305	3.686863379
0.643094916	488.7521362	4.095879979
0.711705981	540.8965454	4.628362714
0.779917747	592.7374878	5.353738539
0.848780742	645.0733643	6.547841869
0.916962634	696.8916016	9.048668088
0.985639151	749.0857544	22.89827925
0.917458464	697.2684326	10.39453022
0.849212486	645.4014893	7.428837604
0.780459113	593.1489258	6.066920816
0.436996219	332.1171265	3.313751983
0.369958376	281.1683655	3.088260772
0.300036701	228.0278931	2.88781084
0.27503881	209.0294952	2.843102471
0.251397283	191.0619354	2.824812395
0.226315027	171.9994202	2.773518934
0.200070371	152.0534821	2.740541931

BET Surface Area:	8.5918 m ² /g
t-Plot micropore volume:	-0.000114 cm ³ /g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	16.4941 nm

Muestra BETCVM-1

Relative Pressure (p/p^0)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm^3/g STP)
0.009982252	1.011451936	2.98171926
0.030719473	3.112651388	3.389726318
0.051517788	5.220041078	3.61139104
0.072430852	7.339057775	3.76840064
0.093144788	9.437897904	3.963971085
0.113667207	11.51733248	4.028163253
0.134491931	13.62739809	4.09489083
0.155352663	15.74111228	4.206424032
0.175882841	17.82133313	4.286307521
0.196760559	19.93676837	4.324608811
0.217258534	22.01372614	4.20298571
0.238161529	24.13172262	4.217659596
0.259059745	26.24923492	4.258187217
0.279702357	28.34084806	4.370213439
0.300527914	30.45099809	4.476528139
0.376441915	38.14298611	4.640051802
0.452937959	45.8939496	4.829963343
0.52927997	53.62930565	5.061740514
0.605106153	61.31239547	5.435047323
0.681167281	69.01929113	5.698055029
0.757308799	76.73433227	6.302888298
0.833598809	84.46441938	7.027554317
0.909658412	92.17116042	8.203641951
0.985679787	99.87402808	11.29858572
0.923594264	93.58321096	9.184453183
0.861502316	87.29174286	7.697187298
0.799057007	80.9644704	6.852344076
0.73700417	74.67696518	6.278204546
0.674666716	68.36062118	5.74429771
0.612615204	62.07325023	5.404594567
0.549161409	55.64379295	5.198752491
0.486517495	49.29639682	4.764017967
0.425834897	43.14773113	4.617153979
0.363562333	36.83796211	4.47453218
0.301220382	30.52116242	4.484423102

BET Surface Area:	13.7455 m^2/g
t-Plot micropore volume:	0.004762 cm^3/g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	7.3254 nm

Muestra BETCVM-2

Relative Pressure (p/p°)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.003593961	2.731410265	-0.159981361
0.007607798	5.781926155	0.001742179
0.012448838	9.461116791	0.472281977
0.017361867	13.19501877	1.079960692
0.028120799	21.3718071	2.306320854
0.039046162	29.67508316	2.428894872
0.045024651	34.21873474	2.475412939
0.050335924	38.25530243	2.506843194
0.073357286	55.75153732	2.656340638
0.095906097	72.88863373	2.786739889
0.11874485	90.24608612	2.925899362
0.141466532	107.5145645	3.012187895
0.164208523	124.7984772	3.05915261
0.186895712	142.040741	3.125802493
0.209366086	159.1182251	3.155241938
0.232235216	176.498764	3.234116949
0.255098744	193.8750458	3.288520664
0.277927238	211.2247009	3.442870057
0.300676005	228.5137634	3.564807109
0.369124242	280.5344238	3.849396897
0.437723541	332.6698914	4.15439317
0.506678652	385.0757751	4.538061782
0.574889093	436.9157104	4.911433539
0.64309343	488.7510071	5.340959896
0.711883304	541.031311	6.069656404
0.779917747	592.7374878	7.026138392
0.84894634	645.1992188	8.786841069
0.917038044	696.9489136	13.08090329
0.985665894	749.1060791	32.10190355
0.917463684	697.2723999	16.00449104
0.849213931	645.4025879	10.26177885
0.780440963	593.1351318	7.884685394
0.437036976	332.1481018	4.430285853
0.368547179	280.0958557	4.155348234
0.300004678	228.0035553	3.903402411
0.275087015	209.0661316	3.865298289
0.250058566	190.0445099	3.809318564
0.226317657	172.0014191	3.766446842
0.200046921	152.0356598	3.7114438

BET Surface Area:	10.8966 m ² /g
t-Plot micropore volume:	0.002229 cm ³ /g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	9.756 nm

Muestra BETCVM-3

Relative Pressure (p/p^0)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm^3/g STP)
0.00996343	1.009544744	3.480509585
0.030950463	3.136056451	4.120476024
0.05125873	5.19379201	4.323017144
0.072139594	7.309546137	4.453616213
0.092846439	9.407667636	4.635648861
0.113719549	11.522636	4.781066237
0.134292813	13.60722254	4.858535579
0.155207694	15.72642334	4.91407564
0.175709795	17.80379916	4.995649889
0.19670113	19.93074673	5.113744585
0.217193644	22.00715116	5.241791554
0.237928892	24.10815074	5.320606726
0.258743045	26.21714527	5.389852705
0.279577034	28.32814972	5.499358913
0.300329771	30.43092121	5.639030364
0.376389915	38.13771718	5.944823614
0.452770715	45.87700356	6.323295466
0.5291061	53.61168828	6.777887365
0.605051984	61.30690683	7.259102251
0.680905071	68.99272267	7.897578889
0.757283261	76.73174459	8.821835226
0.833462765	84.4506347	10.28104262
0.909368495	92.14178457	13.15866918
0.985593454	99.86528043	19.65309298
0.923676019	93.59149479	15.69242356
0.861437426	87.28516788	12.77799208
0.798966016	80.95525077	10.73764696
0.736932212	74.66967411	9.371616876
0.674565687	68.35038439	8.430288786
0.612511846	62.06277746	7.785444658
0.549156631	55.64330878	7.260935755
0.486859091	49.33100905	6.694272003
0.4257786	43.14202684	6.369313276
0.363533582	36.83504894	6.109201379
0.301191812	30.51826756	5.874606066

BET Surface Area:	17.3564 m^2/g
t-Plot micropore volume:	0.003388 cm^3/g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	9.4173 nm

Muestra BETCVM-4

Relative Pressure (p/p ⁰)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.002803247	2.130467415	4.668824156
0.007180161	5.456922531	4.91831123
0.012103097	9.198353767	5.423113813
0.017219707	13.08697701	6.042470169
0.028146556	21.39138222	7.970603731
0.039374733	29.92479706	8.264846881
0.04517622	34.33392715	8.411273799
0.050631142	38.47966766	8.486338398
0.073349857	55.74589157	8.756753934
0.095981889	72.94623566	8.984686916
0.11865404	90.17707062	9.168338798
0.141582609	107.6027832	9.350925684
0.164351845	124.907402	9.545060422
0.186945724	142.0787506	9.747476262
0.209473901	159.2001648	9.928875986
0.232363831	176.5965118	10.12223608
0.255165281	193.9256134	10.36591499
0.277866825	211.1787872	10.53114038
0.300679478	228.5164032	10.72033582
0.369188971	280.5836182	11.39692962
0.437710973	332.6603394	12.18145494
0.506587018	385.006134	13.12030698
0.574933183	436.9492188	14.19109785
0.643091784	488.7497559	15.57486132
0.711592182	540.8100586	17.36654955
0.779900721	592.7245483	19.94200051
0.848799214	645.0874023	23.98074769
0.916942797	696.8765259	31.14294261
0.985625498	749.0753784	52.57660413
0.917510103	697.3076782	34.77917655
0.849180442	645.3771362	27.19828969
0.780409723	593.1113892	22.41064301
0.43837983	333.1686707	11.81279254
0.36992055	281.1396179	10.8486644
0.301412241	229.0733032	10.10355594
0.27638329	210.0513	9.854706552
0.251342633	191.020401	9.598533678
0.226248149	171.9485931	9.348572177
0.200066416	152.0504761	9.106825489

BET Surface Area:	32.6265 m ² /g
t-Plot micropore volume:	0.006578 cm ³ /g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	12.2266 nm

Muestra BETCVM-5

Relative Pressure (p/p^0)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm^3/g STP)
0.010237017	1.037266037	3.095521077
0.031105172	3.1517323	3.594659936
0.051673156	5.235783806	3.808505222
0.072419955	7.337953638	3.971518087
0.093170387	9.440491685	4.105162042
0.113921637	11.54311263	4.217473707
0.134694521	13.64792558	4.321415422
0.155463941	15.7523876	4.412217983
0.176014087	17.8346316	4.463936689
0.196882087	19.94908222	4.564557614
0.217463443	22.0344886	4.660524984
0.238296428	24.14539133	4.765792792
0.259115882	26.25492293	4.852750519
0.279928047	28.36371606	4.9499717
0.300658838	30.46426401	5.056442165
0.376677383	38.16684483	5.413933254
0.452920291	45.89215939	5.788901515
0.529393206	53.64077932	6.198851364
0.605322908	61.33435819	6.668901822
0.681259557	69.02864095	7.271892322
0.757400754	76.74364954	7.927724675
0.833704979	84.47517696	8.789418237
0.910196405	92.22567255	10.67784184
0.985872128	99.89351704	13.10505418
0.923842902	93.60840421	11.32301875
0.861549377	87.29651135	10.00015148
0.799122218	80.97107793	9.206625174
0.737080624	74.68471194	8.514992782
0.674737388	68.36778205	7.963019298
0.61268423	62.08024429	7.433465946
0.549207467	55.64845973	6.974972229
0.486894266	49.33457321	6.037207126
0.425899144	43.15424101	5.603921947
0.363627544	36.84456964	5.297069229
0.301306735	30.52991211	4.917433235

BET Surface Area:	15.6002 m^2/g
t-Plot micropore volume:	0.002639 cm^3/g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	6.4249 nm

Muestra BETCVM-6

Relative Pressure (p/p°)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.010134814	1.026910301	3.853495129
0.030827786	3.123626135	4.638713198
0.05161322	5.229710797	4.989436172
0.072389904	7.334908742	5.232346831
0.092951283	9.418290951	5.447309533
0.113729447	11.52363893	5.604829984
0.134514226	13.62965722	5.756766294
0.15535712	15.7415639	5.917102788
0.175867482	17.81977686	6.065475582
0.196764354	19.93715286	6.177163234
0.217284634	22.01637078	6.317098935
0.238136271	24.12916342	6.446866664
0.259031998	26.24642346	6.576335678
0.279727936	28.34343981	6.714467373
0.30047226	30.44535891	6.839081783
0.376560974	38.15504974	7.37555394
0.452853434	45.88538504	7.971015379
0.529228291	53.62406926	8.558344648
0.605235411	61.32549254	9.191652967
0.68109693	69.0121628	10.07207221
0.757319721	76.73543895	10.96937391
0.833573994	84.46190494	12.26663589
0.909561398	92.1613305	14.18795575
0.985763871	99.88254789	18.44317411
0.923745326	93.59851733	15.02931256
0.861476055	87.28908194	13.08668405
0.799083268	80.96713131	11.85341842
0.737030431	74.67962609	10.90538654
0.674707674	68.36477123	10.1033543
0.612621307	62.07386867	9.403417094
0.549105112	55.63808867	8.787249249
0.486863387	49.3314444	7.83868479
0.425832608	43.14749921	7.333189801
0.36360044	36.84182329	6.896148401
0.301243832	30.52353853	6.430563

BET Surface Area:	21.2539 m ² /g
t-Plot micropore volume:	0.002798 cm ³ /g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	8.2397 nm

Muestra BETCVM-7

Relative Pressure (p/p°)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.002760153	2.097716093	2.547065713
0.007186766	5.461942196	2.870735534
0.012021533	9.136364937	3.537203287
0.017085638	12.98508453	4.37213465
0.028080017	21.34081268	6.972552118
0.039183371	29.77936172	7.28378333
0.044688651	33.96337509	7.349373918
0.050495589	38.37664795	7.413345452
0.073267299	55.68314743	7.816648854
0.095881	72.86956024	8.165851004
0.118694325	90.20768738	8.476525545
0.141524154	107.5583572	8.761781639
0.164321789	124.8845596	9.058258385
0.1869601	142.0896759	9.349102029
0.209501487	159.2211304	9.66865164
0.232334117	176.5739288	9.935429522
0.255204412	193.9553528	10.228208
0.277961269	211.2505646	10.53158869
0.300680964	228.5175323	10.82586192
0.369224629	280.6107178	11.70019875
0.437817463	332.741272	12.66607735
0.506600711	385.0165405	13.80863122
0.574945068	436.958252	15.19712142
0.643137199	488.7842712	16.98576107
0.711672733	540.8712769	19.46232634
0.780005445	592.8041382	23.16820652
0.848957584	645.2077637	29.23577869
0.917041176	696.9512939	41.50605881
0.985839442	749.2379761	70.29212201
0.917672408	697.4310303	49.88720998
0.849310865	645.4762573	36.53930259
0.780489149	593.1717529	28.06511568
0.437011879	332.1290283	12.53453793
0.368524893	280.0789185	11.43053483
0.299980244	227.9849854	10.53803943
0.27504672	209.0355072	10.24237491
0.250048828	190.0371094	9.937150491
0.226387345	172.0543823	9.670581842
0.200032887	152.0249939	9.363041177

BET Surface Area:	33.9935 m ² /g
t-Plot micropore volume:	0.007208 cm ³ /g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	12.79395 nm

Muestra BETCVM-8

Relative Pressure (p/p°)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.010357053	1.049428647	3.998306875
0.031182608	3.159578489	4.781834457
0.051793686	5.247996448	5.147911562
0.072594146	7.355603558	5.421177108
0.093118537	9.435238006	5.584353616
0.113859397	11.53680618	5.717495954
0.134708395	13.64933131	5.873563404
0.155482603	15.75427852	6.034381179
0.175973471	17.83051613	6.175403084
0.196912786	19.95219272	6.280570574
0.217428107	22.03090816	6.418566896
0.238217002	24.13734349	6.540140473
0.259113071	26.25463812	6.693492395
0.279860687	28.35689085	6.894050455
0.300589812	30.45726996	7.062976405
0.376606228	38.15963514	7.678943206
0.45296406	45.89659424	8.396198105
0.529305388	53.63188112	9.185633859
0.605229789	61.32492293	10.16105647
0.681170092	69.01957593	11.5229319
0.757450305	76.74867029	13.54763134
0.833684178	84.47306939	16.26980231
0.909599465	92.1651876	20.01843282
0.985826753	99.88891944	26.19325559
0.923779698	93.60200011	22.32949556
0.8616174	87.30340368	18.99881207
0.799177551	80.97668456	16.22387896
0.73712359	74.68906542	13.93907929
0.674806535	68.37478832	12.10096275
0.612711776	62.0830354	10.72731355
0.549195741	55.64727167	9.599854672
0.486922013	49.33738467	8.4620816
0.424578255	43.02040189	7.591472927
0.362340345	36.71414414	7.011319354
0.301366505	30.53596834	6.484399949

BET Surface Area:	21.7255 m ² /g
t-Plot micropore volume:	0.002913 cm ³ /g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	7.9506 nm

Muestra BETCVM-9

Relative Pressure (p/p^0)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm^3/g STP)
0.010325517	1.046233273	3.968861731
0.03090737	3.131689998	4.608187685
0.051792034	5.247829124	5.034341771
0.072436629	7.339643156	5.352731376
0.093069498	9.430269135	5.473608878
0.114011624	11.55223054	5.581708436
0.134648955	13.64330865	5.718484362
0.155477815	15.75379333	5.867097945
0.176026816	17.83592137	5.954451421
0.196865242	19.94737541	6.057759099
0.217396405	22.02769594	6.098735699
0.238272155	24.14293182	6.223254025
0.259062536	26.24951769	6.265902822
0.279757329	28.34641808	6.411322617
0.300677992	30.46620477	6.569251817
0.37678042	38.17728506	7.073119841
0.453134758	45.91389019	7.653314481
0.529478575	53.64942932	8.130733342
0.605354791	61.33758872	8.836408509
0.681216672	69.0242956	9.567124799
0.757464841	76.75014315	10.49888086
0.833641213	84.4687159	11.65635525
0.909828025	92.18834651	13.39121617
0.98573496	99.87961844	17.31137541
0.92386306	93.61044669	14.12167587
0.861501834	87.29169403	12.17835329
0.799040543	80.96280224	10.8660136
0.736941448	74.67060991	10.04407113
0.674656115	68.35954705	9.207985299
0.612582197	62.06990578	8.645749347
0.549205338	55.64824409	8.106695458
0.486867844	49.33189602	7.269248605
0.425855536	43.14982243	6.838615406
0.363596344	36.84140828	6.398082497
0.301239696	30.52311946	6.065404511

BET Surface Area:	20.2535 m^2/g
t-Plot micropore volume:	0.004429 cm^3/g
BJH Adsorption average pore diameter (4V/A):	6.4925 nm

ANEXO C

Quality Analysis...



INFORME DE ENSAYO

P23-095

A SOLICITUD DE:	LEÓN FERNANDO PÉREZ CHAUC
POR CUENTA DE:	LEÓN FERNANDO PÉREZ CHAUC
ASUNTO:	Análisis Químico
CONTACTO:	Sr. Perez
TIPO DE MUESTRA(S):	Solución
CANTIDAD DE MUESTRA(S):	13
CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS:	Solución ácida
CONDICIONES DE RECEPCIÓN:	En botellas de plástico
FECHA DE RECEPCIÓN:	Lunes, 30 de Enero de 2023
FECHA DE EJECUCIÓN DE ENSAYO:	30-01-23 al 02-02-23
FECHA DE REPORTE:	Jueves, 02 de Febrero de 2023
INSTRUCCIONES DE ENSAYO:	Code LA1-Cd Lectura directa Cadmio
TOTAL DE PAGINAS: 02 (Incluida esta)	

Los resultados corresponden al ensayo solicitado en la (s) muestra (s) recibida (s)

Los ensayos se realizaron en :
 ACTLABS SKYLINE PERU SAC.
 Calle Martin de Murua N° 170-174
 Urb. Maranga- San Miguel, Lima - Peru

Innovative Technologies

Ing. Veronica Caso
 Jefe de Laboratorio
 ACTLABS SKYLINE PERU SAC

Certificado por:



SE PROHÍBE LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL SIN LA AUTORIZACIÓN DE ACTLABS SKYLINE PERÚ S.A.C.
 Este servicio ha sido realizado de acuerdo a los controles establecidos por un sistema de gestión de la calidad que cumple con los requisitos de la norma ISO 9001:2015, con número de certificado AENOR ER-0774/2019 e IQNet ES-0774/2019

Calle Martin de Murúa N° 170 - 174, Urb. Maranga - San Miguel, Lima - Perú
 Central Telefónica: (511) 464 9762 - Móvil: 994 698 219 / 993 301 872 - Correo comercial@actlabsperu.com - www.actlabsperu.com

Quality Analysis.



P23-095

Page 2 of 2

RESULTADOS

	Símbolo de Análito	Cd
	Código de Análisis	LA1
	Símbolo de Unidad	mg/L
	Límite Detección	0.05
1	RCd-1	0.31
2	RCd-2	0.29
3	RCd-3	0.33
4	RCd-4	0.31
5	RCd-5	0.33
6	RCd-6	0.40
7	RCd-7	0.35
8	RCd-8	0.28
9	RCd-9	0.38
10	RCd-0-30-400	93.80
11	RCd-0-60-600	86.80
12	RCd-0-90-800	83.40
13	ESTANDAR Cd	110.00



Innovative Technologies

Certificado por:



SE PROHÍBE LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL SIN LA AUTORIZACIÓN DE ACTLABS SKYLINE PERÚ S.A.C.
 Este servicio ha sido realizado de acuerdo a los controles establecidos por un sistema de gestión de la calidad que cumple con los requisitos de la norma ISO 9001:2015, con número de certificado AENOR ER-0774/2019 e IQNet ES-0774/2019

Calle Martín de Murúa N° 170 - 174, Urb. Maranga - San Miguel, Lima - Perú
 Central Telefónica: (51) 464 9762 - Móvil: 994 698 219 / 993 301 872 - Correo comercial@actlabsperu.com - www.actlabsperu.com

ANEXO D

LABORATORIO DE FISICOQUÍMICA-FIQM-UNSCH

Resultado de la remoción de iones Cd (II) por el diseño factorial del tipo 3²

Muestra	Tiempo (min)	Velocidad de agitación (rpm)	[Cd ²⁺] _f	Masa de ceniza (g)	pH final
RCd-1	30	400	0,31	0,5017	7,43
RCd-2	30	800	0,29	0,5018	7,44
RCd-3	60	800	0,33	0,5012	7,21
RCd-4	90	400	0,31	0,5021	7,90
RCd-5	90	800	0,33	0,5007	7,97
RCd-6	90	600	0,40	0,5019	7,87
RCd-7	60	600	0,35	0,5020	7,65
RCd-8	30	600	0,28	0,5010	7,38
RCd-9	60	400	0,38	0,5015	7,66
Promedio			0,33	0,5015	7,61

[Cd²⁺]_i = 110 ppm (Método ICP-OES)

pH_{inicial} = 5,44 (Método peachimetro) solución sintética de iones Cd (II)

ANEXO E

EQUIPOS UTILIZADOS EN LA INVESTIGACIÓN

FOTO 1: DIFRACTOMETRO DE RAYOS X MINIFLEX DE LA MARCA RIGAKU



FOTO 2: EQUIPO BET-MICROMERITICS GEMINI-VII 2390 SERIE T



**FOTO 3: ESPECTROSCOPIA DE PLASMA ICP-OES TECNOLOGÍA DUAL
VIEW CON VISIÓN RADIAL Y AXIAL**



ANEXO F**GALERIA DE FOTOGRAFIAS DE LA INVESTIGACIÓN****Foto 1: CENIZAS DE CARBÓN MINERAL****Foto 2: TOMA DE MUESTRAS DE CENIZAS**

Foto 3: CENIZAS DE CARBÓN MINERAL



Foto 4: TAMIZADO DE LAS CENIZAS



Foto 5: LAVADO DE LAS CENIZAS VOLANTES



Foto 6: SECADO DE LAS CENIZAS VOLANTES



Foto 7: PESADO DE CENIZAS VOLANTES PARA LA REMOCIÓN DE Cd (II)



Foto 8: PROCESO DE LA REMOCIÓN DE Cd (II)



Foto 9: FILTRADO DE LAS CENIZAS VOLANTES MODIFICADAS LUEGO DE LA REMOCIÓN DE IONES CD (II)



Foto 10: MUESTRAS DE CENIZAS VOLANTES PARA DETERMINAR ÁREA SUPERFICIAL (BET) Y DRX

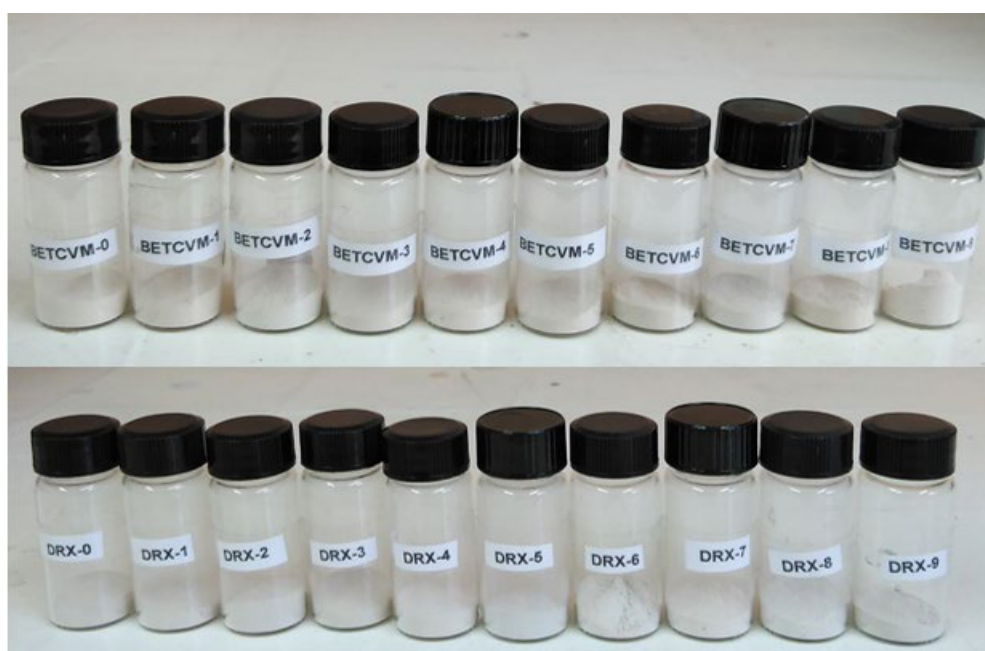


Foto 11: MUESTRAS DE SOLUCIONES REMANENTES DE IONES CD (II)



ANEXO G

MATRIZ DE CONSISTENCIA

Condiciones de operación favorables para la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II)
Graduando: León Fernando PÉREZ CHAUCA

PROBLEMA	OBJETIVO	HIPOTESIS	VARIABLES	METODOLOGIA
Problema general	Objetivo general	Hipótesis general	Variable independiente	Tipo de investigación: Experimental Cuantitativa Aplicada Nivel: Correlacional Causa-efecto Diseño: De laboratorio, Experimental Transversal
¿Cuáles deben ser las condiciones de operación favorables para la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II)?	Determinar las condiciones de operación favorable en la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria de cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II).	Las condiciones de operación favorables permiten la modificación del área superficial de las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillos para su aplicación en la remoción de iones Cd (II).	Modificación de la Ceniza volante Dimensiones Caracterización de la ceniza volante (Área superficial y DRX). Condiciones de concentración de NaOH y tiempo. Niveles de influencia de concentración de NaOH y tiempo.	
Problemas específicos	Objetivos específicos	Hipótesis específica	Variable dependiente	
➤ ¿Cuál es la composición mineralógica y área superficial que caracterizan inicialmente a las cenizas volantes de la industria del cocido de ladrillo? ➤ ¿Cuáles son las condiciones de operación favorables del tratamiento con NaOH a diversas concentraciones y tiempo de agitación para lograr la modificación del área superficial de las cenizas volantes para mejorar su capacidad de adsorción?	➤ Caracterizar inicialmente las cenizas volantes de la industria de la cocción de ladrillo mediante la composición mineralógica y área superficial. ➤ Determinar las condiciones de operación favorables del tratamiento con NaOH a diversas concentraciones y tiempo de agitación en la modificación del área superficial de las cenizas volantes para mejorar su capacidad de adsorción.	➤ La composición mineralógica y área superficial permite la caracterización inicial de las cenizas volantes de la industria de la cocción de ladrillo. ➤ Las condiciones de operación favorables del tratamiento con NaOH a diversas concentraciones y tiempos de agitación de las cenizas volantes que permite la modificación del área superficial para mejorar la capacidad de adsorción.	Modificación del área superficial Dimensiones Incremento del área superficial. Condiciones de operación de tiempo y velocidad de agitación. Niveles de influencia del tiempo de agitación y velocidad de agitación.	

➤ ¿Cuál es el nivel de influencia individual de la concentración de NaOH y tiempo de agitación en el tratamiento de las cenizas volantes para modificar el área superficial? ➤ ¿Cuáles son las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas? ➤ ¿Cuál es el nivel de influencia individual de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando ceniza volante modificada?	➤ Analizar individualmente el nivel de influencia de la concentración de NaOH y tiempo de agitación en la modificación del área superficial de las cenizas volantes. ➤ Determinar las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas. ➤ Analizar individualmente el nivel de influencia de tiempo y velocidad de agitación en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas.	➤ El análisis individual de la concentración NaOH y tiempos de agitación nos permite conocer la influencia en la modificación del área superficial de las cenizas volantes. ➤ Usando cenizas volantes modificadas las condiciones de operación favorables de tiempo y velocidad de agitación permite un alto grado en la remoción de iones Cd (II). ➤ El análisis individual del tiempo y velocidad de agitación nos permite conocer la influencia en la remoción de iones Cd (II) usando cenizas volantes modificadas.		
--	---	---	--	--