

SÍNTESIS DE HIDROTALCITAS (HT) DEL TIPO HIDRÓXIDOS DOBLE CAPA (HDL) Y SUS ÓXIDOS METÁLICOS

5 CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se encuentra relacionada con el campo tecnológico del tratamiento de aguas salinas provenientes de la industria petrolera.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN.

10 Las arcillas son minerales inorgánicos de composición variada que pueden clasificarse de acuerdo a su capacidad de intercambio iónico en neutras, aniónicas y catiónicas. La hidrotalcita (HT) es el tipo de arcilla aniónica más representativa, está constituida por capas tipo brucita $[Mg(OH)_2]$ y puede tener diversas aplicaciones de acuerdo a su composición, estabilidad térmica y otras
15 propiedades.

La hidrotalcita es un compuesto de magnesio y aluminio que se encuentra en la naturaleza en forma de láminas. Es un mineral que puede disgregarse fácilmente en un polvo. Desde el año de 1970, cuando se descubrió la hidrotalcita obtenida por precipitación, se han ido encontrando gran cantidad de materiales con la
20 misma estructura, pero con diferentes cationes en su composición.

Los hidróxidos de doble capa (HDL) corresponden a una variación de las HT cuyo anión predominante es el ion carbonato; al igual que las HT los HDL se han empleado en la remoción de aniones inorgánicos y orgánicos, en la remediación de contaminantes orgánicos, en la remoción de tintas y como materiales
25 fotocatalíticos. Los métodos de síntesis de HDL, en el laboratorio y a escala industrial, requieren la adición de precursores químicos y de agentes como NaOH, NH_4OH , KOH o cualquier compuesto alcalino.

Los HDL se describen por la siguiente fórmula general:
 $[M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}(OH)_2][A_{x/n}^{n-}] \cdot mH_2O$, en donde M^{2+} y M^{3+} pueden ser cualquier catión
30 divalente o trivalente de radio iónico similar al del Mg^{2+} , A^{n-} representa un anión de compensación bien sea orgánico o inorgánico, m simboliza la cantidad de agua presente en el espacio interlamilar y x la relación $M^{3+}/(M^{2+} + M^{3+})^{11-12}$.

Las intercapas de los HDL están separadas por moléculas de agua y aniones tales como CO_3^{2-} , Cl^- , SO_4^{2-} , OH^- , NO_3^- , ácido p-aminobenzoico, ácido tánico, ácido dodecilsulfúrico, ácido sebácico y otros que hacen que su concentración sea dependiente de la temperatura, grado de humedad, naturaleza y concentración de los aniones presentes [1], [9], [11]

Por su versatilidad e importancia, se pueden encontrar en la literatura diferentes métodos de síntesis de HDL, entre ellos: el método de coprecipitación, hidrólisis inducida, sol-gel, hidrotérmico, y la síntesis con urea. En este contexto, a pesar de que los métodos de síntesis son diversos e involucran diferentes metodologías, presentan algunas desventajas en cuanto al costo y efectividad principalmente debido al alto tiempo de reacción y a la variación de las propiedades requeridas para el material.

Cada uno de los métodos de síntesis aporta características diferentes e incluso exclusivas a los productos; estos métodos varían con la aplicación que tendrá el material y con parámetros tales como pH, temperatura, concentración, reactivos y velocidad de adición de reactivos, lavado y secado de productos [8]. La mayoría de ellos demandan gran cantidad de tiempo, implican la utilización de sales inorgánicas en solución, soluciones modificadoras de pH y no se obtienen materiales puros [3].

Dentro de los métodos más conocidos se encuentran:

Coprecipitación: Es el método más utilizado para la síntesis de hidrotalcitas, utiliza como materiales precursores cloruros metálicos y generalmente arroja como impurezas al final del proceso aniones carbonato [19].

Hidrólisis inducida: Consiste en dos etapas, se inicia con la precipitación del hidróxido del metal trivalente en una solución alcalina, luego se realiza la disolución de ese precipitado en disolución de la sal del catión divalente a pH constante, provocando la liberación del catión divalente y la formación del HDL [3].

Intercambio iónico: Se realiza a pH ácido para evitar la pasivación del electrodo y a potenciales bajos para reducir la evolución del oxígeno [3].

Sol-gel: Se inicia con la preparación del sol, luego éste es envejecido para que se forme gel; el producto final es resultado del calentamiento del gel [13].

Óxido-sal: Para ello se prepara una solución acuosa del óxido del catión divalente en agitación y se hace reaccionar con una solución acuosa en exceso de la sal del catión trivalente durante varios días a temperatura ambiente [2].

Hidrotérmico y por reconstrucción: Se refiere al tratamiento de hidróxidos mixtos recién precipitados o mezclas mecánicas de los óxidos con agua para sintetizar HT. La reconstrucción utiliza el efecto memoria característica de estos materiales, que les concede la habilidad de regenerar su estructura en un medio adecuado luego de haber sido sometidos a calcinación [2], [9].

Polimerización in situ: Se fundamenta en la inclusión de un monómero o compuesto orgánico en las láminas del HDL con el propósito de aumentar el espacio interlaminar y mejorar su compatibilidad química [20].

Síntesis con urea: Se vale de las propiedades fisicoquímicas de la urea para la precipitación de hidróxidos metálicos; la desventaja del método radica en que sólo es posible la intercalación del anión carbonato [9], [21].

Lee y colaboradores prepararon HDL de Mg/Al empleando el método de coprecipitación a diferentes pH (9.5,10,10.5 y 11) y relaciones molares (1-20); mediante la medida de potencial zeta confirmaron que se puede controlar la densidad de carga y la carga superficial de los productos [8]. Además, se han utilizado diferentes concentraciones molares de cationes para obtener HT a través del método hidrotérmico y procesos de activación mecanoquímica; los análisis de XRD demostraron la formación de brucita, gibbsita e hidrotalcitas [9].

La aplicación del método hidrotérmico para la obtención de estos compuestos ha sido relatada por Fahami y colaboradores, en ella se emplea una etapa de activación mecano química para modificar las propiedades estructurales en el producto final. Los precursores de partida fueron cloruro de magnesio, cloruro de aluminio e hidróxido de sodio. Mediante esta ruta de síntesis se han conseguido compuestos tipo HT con relación Mg:Al entre 1.38 a 7.33 con una elevada superficie específica.

En el campo de las patentes, se observan dentro del estado de la técnica la patente GB 1, 086, 779 (1967), la cual, se refiere a un método de síntesis de hidroxicarbonatos de magnesio y aluminio a partir de carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio o una mezcla de ellos con una sal soluble de aluminio, se incorpora una etapa de filtración y subsecuente lavado del material y se propone su uso como antiácido.

En la patente GB 1, 185, 920(1970), se presenta un proceso para la síntesis de hidrotalcitas por la mezcla de compuestos de aluminio y magnesio en un medio acuoso a un pH básico en presencia de aniones carbonato, que incluye una etapa de maduración a una temperatura de entre 0-150°C y una etapa de filtración y lavado.

Las patentes US 4, 447, 417 (1984) y US 4, 560, 545 (1985) describen la preparación de la hidrotalcita a partir del calentamiento de una mezcla de hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio y una base orgánica nitrogenada soluble a una temperatura de entre 70-100 °C a presión atmosférica.

- 5 Posteriormente la mezcla se pone en contacto con una corriente de dióxido de carbono a una velocidad moderada para obtener la hidrotalcita.

Los problemas técnicos que se presentan en los métodos referenciados dentro de la literatura científica abierta y dentro del campo de las patentes, son superados en la presente invención mediante la síntesis de HDL a través de electrocoagulación, un método sencillo, flexible y económicamente viable.

10

OBJETOS DE LA INVENCION

En un primer objeto, la invención está relacionada con un nuevo método para la síntesis de hidrotalcitas (HT) del tipo hidróxidos doble capa (HDL) mediante electrocoagulación.

15

En un segundo objeto, la invención reclama un material sólido hidrotalcita del tipo HDL utilizable en procesos de remoción de aniones, como catalizador y como precursor de óxidos metálicos.

En un tercer y último objeto, la invención reclama el material sólido compuesto por óxidos metálicos que se obtiene a partir de la calcinación de las hidrotalcita del tipo HDL.

20

Los objetos anteriormente descritos, al igual que los objetos adicionales a que hubiere lugar, serán expuestos al detalle y con la suficiencia necesaria en el capítulo descriptivo que se divulga a continuación, el cual constituirá el fundamento del capítulo reivindicatorio.

25

BREVE DESCRIPCION DE LAS FIGURAS.

Figura 1: Muestra un esquema de la Celda de electrocoagulación empleada en el procedimiento de la invención.

30

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

De manera previa a la exposición de la descripción detallada de la invención, se describen las definiciones de algunos términos, con el objeto de identificar de manera clara y concisa el alcance de los mismos.

El término “hidrotalcitas” (HT) debe entenderse como un compuesto de magnesio y aluminio que se encuentra en la naturaleza en forma de láminas. Es un mineral que puede disgregarse fácilmente en un polvo.

El término hidróxido de doble capa o hidróxido doble laminar (HDL) debe entenderse como una variación de las HT cuyo anión predominante es el ion carbonato.

El término “macerado” se define como cualquier método u equipo que sea utilizado para la reducción del tamaño de partícula (molino convencional, molino de bolas, dispersores).

La presente invención revela un procedimiento para la síntesis de hidrotalcitas (HT) del tipo hidróxidos doble capa (HDL) caracterizado porque comprende la electrocoagulación de una solución salina seleccionada del grupo comprendido entre NaCl, NaNO₃ o BaCl₂ mediante una celda electroquímica con intercambio de polaridad de un par de electrodos que suministran el metal trivalente y divalente, donde la solución salina se encuentra en una concentración entre 4000-6000 ppm.

En un objeto adicional, la presente invención divulga un procedimiento para la síntesis de hidrotalcitas (HT) del tipo hidróxidos doble capa (HDL) y sus óxidos metálicos caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) La electrocoagulación de una solución salina seleccionada del grupo comprendido entre NaCl, NaNO₃ o BaCl₂ mediante una celda electroquímica con intercambio de polaridad de un par de electrodos que suministran el metal trivalente y divalente, donde la solución salina se encuentra en una concentración entre 4000-6000 ppm;

b) Calcinar bajo una atmósfera de aire, nitrógeno o cualquier otra atmósfera, entre 400-800°C por un tiempo entre 2 a 8 horas.

El método para la síntesis de hidrotalcitas (HT) del tipo hidróxidos doble capa (HDL) se fundamenta en un proceso de electrocoagulación en una celda electroquímica utilizando electrodos de M^{2+} y M^{3+} para la producción in-situ de hidrotalcitas (HT) del tipo hidróxidos dobles laminares (HDL), susceptibles de ser

5 separados, regenerados y reutilizados. Los HDL se describen por la siguiente fórmula general: $[M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}(OH)_2][A_{x/n}^{n-}] \cdot mH_2O$, en donde M^{2+} y M^{3+} pueden ser cualquier catión divalente o trivalente de radio iónico similar al del Mg^{2+} , A^{n-} representa un anión de compensación bien sea orgánico o inorgánico, m simboliza la cantidad de agua presente en el espacio interlaminar y x la relación

10 $M^{3+}/(M^{2+} + M^{3+})^{11-12}$.

La electrocoagulación es un proceso electroquímico utilizado en el tratamiento de contaminantes presentes en lixiviados y aguas residuales que consiste en la generación de iones metálicos a partir de la electrodisolución de ánodos de sacrificio que luego participan en la formación de coágulos de gran superficie

15 activa para la adsorción de especies coloidales.

El método comprende la síntesis de diferentes tipos de HDL a través de una serie de etapas acopladas al proceso de electrocoagulación de una solución salina.

El método de síntesis comprende las siguientes etapas:

- 20
- La preparación de una solución salina que puede no ser sintética y que aporta los aniones que se incorporan en la sección interlaminar de los HDL.
 - La electrocoagulación mediante una celda electroquímica conectada a una fuente de potencia, con la polarización de un par de electrodos que

25 suministran el metal trivalente y divalente.

 - Controlar la relación M^{2+}/M^{3+} mediante el cambio de polaridad de los electrodos de la celda electroquímica.

30 El método comprende, además, las siguientes etapas:

- Una etapa de filtración al vacío
- Una etapa de secado a presión normal, bajo atmósfera de aire, nitrógeno o cualquier otra atmósfera, a una temperatura entre 90°C y 150°C, durante 1

35 a 4 horas.

El proceso de síntesis ocurre en la etapa de electrocoagulación por la reacción que se produce entre la fuente de metal trivalente con la fuente de metal divalente y los aniones provenientes de la solución salina. La sal utilizada es la fuente del anión interlaminar y puede ser de tipo orgánico u inorgánico, hidroxilos, y/o mezclas de estos.

La electrocoagulación se puede realizar bajo agitación constante alternando el tiempo de electrodisolución de cada electrodo, a diferentes temperaturas, en atmósfera de aire o bajo cualquier otra atmósfera dando como resultado un compuesto laminar que puede conseguirse secando directamente la lechada.

- El par de electrodos constituyen la fuente de cationes divalentes y trivalentes que conforman los hidróxidos doble capa (HDL) y, una vez en solución, mantienen una relación molar, M^{2+}_{1-x}/M^{3+}_x , que se encuentra entre 0.5 y 10. M^{2+} simboliza un elemento o combinaciones de dos o más elementos de la tabla periódica con valencia igual a dos. M^{3+} simboliza un elemento o combinaciones de dos o más elementos de la tabla periódica con valencia igual o mayor a tres.

La densidad de carga, el área superficial y la densidad másica del material pueden modificarse a partir de la dosis de metal divalente y trivalente y del tiempo de electrodisolución de cada electrodo, lo que influye en el tiempo de duración global de la etapa de electrocoagulación. El pH durante la etapa de electrocoagulación varía entre 4-12.

La electrocoagulación se efectúa mediante una celda electroquímica conectada a una fuente de potencia, a una velocidad de agitación entre 50-500 rpm, de la solución salina bajo la polarización de un par de electrodos que suministran el metal trivalente y divalente.

- En una celda electroquímica el manejo de las condiciones de operación se facilita gracias al control de la densidad de corriente y tiempo de operación; la EC además, no requiere la adición de reactivos y podría permitir la formación in-situ de HT y la remoción instantánea de iones tales como NO_3^- , Cl^- , SO_4^{2-} y CrO_4^{2-} , con bajos tiempos de operación.

- Una vez el material sea macerado, tamizado y clasificado, éste puede ser dispersado y homogenizado en medio acuoso. En el proceso de tamizado, la reducción en el tamaño de partícula aumenta las superficies activas, facilita la presentación y aplicación final del material.

Este método de síntesis es muy flexible puesto que de acuerdo a la pareja de electrodos utilizados, la sal empleada y las condiciones de secado, se pueden obtener diversos tipos de HDL con diferentes aplicaciones que definirán los tratamientos posteriores que se efectúen en ellos para su reutilización, regeneración o rehidratación.

Por otra parte, este nuevo método de síntesis suprime la etapa común de lavado del producto en los métodos de síntesis convencionales, por lo cual, el material obtenido es altamente puro y puede producirse con costos reducidos.

5 Las hidrotalcitas del tipo HDL presentan valores de área superficial específica entre 60 y 400 m²/g, volumen del poro entre 0.20-0.50 cm³/g, tamaño del poro entre 50-90 Å, tamaño de partícula promedio entre 270-300 Å y diámetro promedio de poros entre 4-50 nm.

En un objeto adicional, la invención reclama el material sólido compuesto de óxidos metálicos que se obtiene a partir de la calcinación de la hidrotalcita del tipo
10 HDL.

Cuando los HDL son calentados a ciertas temperaturas se eliminan los aniones interlaminares y se obtienen óxidos metálicos que pueden ser rehidratados, y reequilibrados con aniones diferentes al que inicialmente se encontraba en las capas interlaminares.

15 En el material sólido reclamado, se obtiene de la calcinación de las hidrotalcitas a una temperatura entre 400-800°C por un tiempo entre 2-8 horas y bajo una atmósfera de aire, nitrógeno o cualquier otra atmósfera.

Este material óxido, posterior a su calcinación, se puede rehidratar por su adición en un medio acuoso que contenga aditivos o anión diferente al que contenía
20 inicialmente.

En una modalidad preferida de la invención, la solución salina utilizada es NaCl, NaNO₃ o BaCl₂. La solución salina puede no ser sintética, es decir que la fuente del anión puede ser de tipo orgánico u inorgánico, una sal, hidroxilos, moléculas de ADN, ARN o mezclas de estos.

25 En una modalidad preferida de la invención, la solución salina se encuentra en una concentración entre 4000-6000 ppm.

En una modalidad preferida de la invención, la electrocoagulación presenta una velocidad de agitación de la solución salina entre 50 a 500 rpm.

En una modalidad preferida de la invención, la celda de electrocoagulación
30 presenta una configuración monopolar en paralelo.

Los ejemplos que se describen a continuación son presentados con el objetivo de describir los aspectos preferidos de la invención pero no constituyen una limitación al alcance de la misma.

EJEMPLO 1.

Inicialmente se fijaron las variables: densidad de corriente, carga, tipo de sal y temperatura. Luego, los electrodos fueron pulidos con una fina lija de agua, lavados con HNO₃ diluido y luego con agua desionizada antes del experimento.

- 5 Para llevar a cabo experimentos de electrocoagulación se usaron electrodos de AZ31-Al.

Los electrodos fueron posicionados verticalmente y separados a una distancia de 5 mm el uno del otro. Cada uno de los electrodos con área superficial sumergida de 46.6 cm².

- 10 Se preparó y se cargó la celda electroquímica con una solución de 5000 ppm de NaNO₃ en 900 mL de agua desionizada.

Los electrodos fueron conectados a una fuente de poder DC digital con corriente constante de 5 mA; se utilizó polaridad directa e inversa.

- 15 La etapa de electrocoagulación duro aproximadamente 3 horas bajo agitación magnética a 100 rpm.

Posteriormente, la solución fue rápidamente filtrada y secada a 105°C durante dos horas.

- 20 Durante la etapa de electrocoagulación se tomaron 30 mL de la solución para el seguimiento de los siguientes parámetros: pH, conductividad y potencial Z (PZ). La concentración de iones nitrato fue monitoreada por espectrofotometría UV a dos longitudes de onda: 220 nm y 275 nm.

Tiempo total (min)	Concentración teórica		Voltaje (V)	Conductividad (mS/cm)	Concentración de ion NO ₃ ⁻ (ppm)
	Aluminio	AZ31			
0	0	0	2.9	4471	4527.1
5	11.18	0	3	4445	-
13	0	24.17	2	4443	-
18	22.36	0	3.5	4415	-
26	0	48.34	2.4	4432	-
31	33.52	0	3.4	4424	-
39	0	72.49	2.5	4425	-
70	67	0	3.7	4455	-
96	89.31	0	3.7	4437	-
156	0	289.73	2.6	4483	-
195	0	362.13	2.7	4599	1541.7

Tabla 1. Reporte de seguimiento de la EC AZ31-Al utilizando 5000 ppm NO₃ a partir de NaNO₃.
Remoción = 66%

EJEMPLO 2.

Inicialmente se fijaron las variables: densidad de corriente, carga, tipo de sal y temperatura. Luego, los electrodos fueron pulidos con una fina lija de agua, lavados con HNO_3 diluido y luego con agua desionizada antes del experimento.

- 5 Para llevar a cabo experimentos de electrocoagulación batch se usaron electrodos de AZ31-Al.

Los electrodos fueron posicionados verticalmente y separados a una distancia de 5 mm el uno del otro. Cada uno de los electrodos con área superficial sumergida de 46.6 cm^2 .

- 10 Se preparó y se cargó la celda electroquímica con una solución de 5000 ppm de NaCl en 900 mL de agua desionizada.

Los electrodos fueron conectados a una fuente de poder DC digital con corriente constante de 5 mA; se utilizó polaridad directa e inversa.

- 15 La etapa de electrocoagulación duro aproximadamente 3 horas bajo agitación magnética a 100 rpm.

Posteriormente, la solución fue rápidamente filtrada y secada a 105°C durante dos horas.

Luego, el producto fue macerado, clasificado en tamiz malla 60 (0.250 mm de abertura) y recolectado para caracterización.

20

- El producto fue analizado mediante los difractogramas de rayos X de polvos en un difractometro XPert MRD de PaAnalytical utilizando tubo de Cu, junto a ello se realizaron análisis de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier en un espectrómetro JASCO FT/IR-4100, de resolución normal de 4cm^{-1} , según la técnica de las pastillas de KBr. Además, se le practico análisis de área superficial y tamaño de poros (BET).
- 25

Durante la etapa de electrocoagulación se tomaron 30 mL de la solución para el seguimiento de pH, conductividad e iones cloruro.

30

Tiempo (min)	Electrodo	Amperaje	Temperatura	Conductividad	Concentración de ion Cl ⁻ (g)
0	Aluminio	0,36	ambiente	8.717	3.033
5	Magnesio	0,36		8.701	-
13	Aluminio	0,36		8.733	-
18	Magnesio	0,36		8.663	-
26	Aluminio	0,36		8.679	-
31	Magnesio	0,36		8.690	-
39	Aluminio	0,36		8.696	-
44	Magnesio	0,36			
52	Aluminio	0,36			
57	Magnesio	0,36			
65	Aluminio	0,36			
70	Magnesio	0,36		8.729	-
78	Aluminio	0,36			
83	Magnesio	0,36			
91	Aluminio	0,36			
96	Magnesio	0,36		8.729	-
104	Aluminio	0,36			
109	Magnesio	0,36			
117	Aluminio	0,36			
122	Magnesio	0,36		8.724	-
130	Aluminio	0,36			
135	Magnesio	0,36			
143	Aluminio	0,36			
148	Magnesio	0,36			
156	Aluminio	0,36		8.724	0.13x10 ⁻³

Tabla 2. Reporte de seguimiento de la EC AZ31-Al

EJEMPLO 3:

- 5

Inicialmente se fijaron las variables: densidad de corriente, carga, tipo de sal y temperatura. Luego, los electrodos fueron pulidos con una fina lija de agua, lavados con HNO₃ diluido y luego con agua desionizada antes del experimento.

Para llevar a cabo experimentos de electrocoagulación se usaron electrodos de AZ31-Al.
- 10

Los electrodos fueron posicionados verticalmente y separados a una distancia de 5 mm el uno del otro.

Cada uno de los electrodos con área superficial sumergida de 46.6 cm².

Se preparó y se cargó la celda electroquímica con una solución de 5000 ppm de NaCl en 900 mL de agua desionizada.
- 15

Los electrodos fueron conectados a una fuente de poder DC digital con corriente constante de 5 mA; se utilizó polaridad directa e inversa.

La etapa de electrocoagulación duro aproximadamente 3 horas bajo agitación magnética a 100 rpm.

Posteriormente, la solución fue rápidamente filtrada y secada a 105°C durante dos horas. Luego, el producto fue macerado, clasificado en tamiz malla 60 (0.250 mm de abertura) y recolectado para caracterización.

El producto fue analizado mediante los difractogramas de rayos X de polvos en un difractometro XPert MRD de PaAnalytical utilizando tubo de Cu, junto a ello se realizaron análisis de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier en un espectrómetro JASCO FT/IR-4100, de resolución normal de 4cm⁻¹, según la técnica de las pastillas de KBr.

Durante la etapa de electrocoagulación se tomaron 30 mL de la solución para el seguimiento de los siguientes parámetros: pH, conductividad, potencial Z (PZ) e iones cloruro.

Tiempo (min)	Electrodo	Voltaje	Amperaje	Temperatura	pH	Conductividad	PZ	Concentración de ion Cl ⁻ (g)
0	Aluminio	2,1	0,36	ambiente	6,01	8,119	-	
5	Magnesio	2,6	0,36		10,35	8,319	32,5	
13	Aluminio	2,3	0,36		8,98	8,27	23,17	
18	Magnesio	2,9	0,36		9,82	8,289	28,39	
26	Aluminio	2,5	0,36		9,3	8,308	39,4	
31	Magnesio	3,8	0,36		9,88	8,247	25,3	
39	Aluminio	2,4	0,36		9,5	8,362	33,65	
44	Magnesio	2,8	0,36					
52	Aluminio	1,5	0,36					
57	Magnesio	2,1	0,36					
65	Aluminio	1,6	0,36					
70	Magnesio	2,2	0,36		10,07	8,314	24,61	
78	Aluminio	1,2	0,36					
83	Magnesio	2,1	0,36					
91	Aluminio	1,4	0,36					
96	Magnesio	2,2	0,36		10,2	8,252	32,4	
104	Aluminio	1,3	0,36					
109	Magnesio	2,2	0,36					
117	Aluminio	1,3	0,36					
122	Magnesio	2,2	0,36		10,29	8,186	54,72	
130	Aluminio	1,2	0,36					
135	Magnesio	2,1	0,36					
143	Aluminio	1,2	0,36					
148	Magnesio	2,2	0,36					
156	Aluminio	1,3	0,36		10,42	8,246	42,69	
161	Magnesio	2,2	0,36					
169	Aluminio	2,6	0,36					
174	Magnesio	2,2	0,36					
182	Aluminio	1,5	0,36					
187	Magnesio	2,1	0,36					
195	Fin	2,1	0,36		10,51	8,25	24,94	

Tabla 3. Reporte de seguimiento de la EC AZ31-AI

EJEMPLO 4:

Inicialmente se fijaron las variables: densidad de corriente, carga, tipo de sal y temperatura. Luego, los electrodos fueron pulidos con una fina lija de agua, lavados con HNO_3 diluido y luego con agua desionizada antes del experimento.

Para llevar a cabo experimentos de electrocoagulación batch se usaron electrodos de AZ31-Al.

Los electrodos fueron posicionados verticalmente y separados a una distancia de 5 mm el uno del otro.

Cada uno de los electrodos con área superficial sumergida de 46.6 cm^2 .

Se preparó y se cargó la celda electroquímica con una solución de 5000 ppm de NaCl en 900 mL de agua desionizada.

Los electrodos fueron conectados a una fuente de poder DC digital con corriente constante de 5 mA; se utilizó polaridad directa e inversa.

La etapa de electrocoagulación duro aproximadamente 3 horas a temperatura entre $40\text{-}50^\circ\text{C}$, bajo agitación magnética a 100 rpm.

Posteriormente, la solución fue rápidamente filtrada y secada a 105°C durante dos horas.

Luego, el producto fue macerado, clasificado en tamiz malla 60 (0.250 mm de abertura) y recolectado para caracterización.

El producto fue analizado mediante los difractogramas de rayos X de polvos en un difractometro XPert MRD de PaAnalytical utilizando tubo de Cu, junto a ello se realizaron análisis de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier en un espectrómetro JASCO FT/IR-4100, de resolución normal de 4cm^{-1} , según la técnica de las pastillas de KBr.

Durante la etapa de electrocoagulación se tomaron 30 mL de la solución para el seguimiento de los siguientes parámetros: pH, conductividad, potencial Z (PZ) e iones cloruro.

Tiempo (min)	Electrodo	Voltaje	Amperaje	Temperatura	Conductividad	PZ
0	Aluminio	2.4	0,36	49-50°C	8.369	
5	Magnesio	2.5	0,36		8.490	27.37
13	Aluminio	1.8	0,36		8.399	26.28
18	Magnesio	2.5	0,36		8.399	49.82
26	Aluminio	1.7	0,36		8.424	20.98
31	Magnesio	2.5	0,36		8.365	20.07
39	Aluminio	1.7	0,36		8.415	25.02
44	Magnesio	2.7	0,36			
52	Aluminio	1.0	0,36			
57	Magnesio	2.0	0,36			
65	Aluminio	1.1	0,36			
70	Magnesio	2.3	0,36		8.453	-60.27
78	Aluminio	1.0	0,36			
83	Magnesio	1.9	0,36			
91	Aluminio	1.0	0,36			
96	Magnesio	2.2	0,36		8.507	54.59
104	Aluminio	1.0	0,36			
109	Magnesio	2.0	0,36			
117	Aluminio	1.1	0,36			
122	Magnesio	2.2	0,36		8.525	20.57
130	Aluminio	1.0	0,36			
135	Magnesio	1.9	0,36			
143	Aluminio	1.1	0,36			
148	Magnesio	1.9	0,36			
156	Aluminio	1.1	0,36		8.613	-10.611
161	Magnesio	1.1	0,36			
169	Aluminio	1.9	0,36			
174	Magnesio	1.2	0,36			
182	Aluminio	2.0	0,36			
187	Magnesio	1.9	0,36			
195	Fin	2.0	0,36		8.595	-19.74

Tabla 4. Reporte de seguimiento de la EC AZ31-Al

EJEMPLO 5:

Inicialmente se fijaron las variables: densidad de corriente, carga, tipo de sal y temperatura. Luego, los electrodos fueron pulidos con una fina lija de agua, lavados con HNO₃ diluido y luego con agua desionizada antes del experimento.

Para llevar a cabo experimentos de electrocoagulación se usaron electrodos de AZ31-Al.

Los electrodos fueron posicionados verticalmente y separados a una distancia de 5 mm el uno del otro.

Cada uno de los electrodos con área superficial sumergida de 46.6 cm².

Se preparó y se cargó la celda electroquímica con una solución de 5000 ppm de BaCl en 900 mL de agua desionizada.

Los electrodos fueron conectados a una fuente de poder DC digital con corriente constante de 5 mA; se utilizó polaridad directa e inversa.

La etapa de electrocoagulación duro aproximadamente 3 horas bajo agitación magnética a 100 rpm.

- 5 Posteriormente, la solución fue rápidamente filtrada y secada a 105°C durante tres horas.

Luego, el producto fue macerado, clasificado en tamiz malla 60 (0.250 mm de abertura) y recolectado para caracterización.

- 10 El producto fue analizado mediante los difractogramas de rayos X de polvos en un difractometro XPert MRD de PaAnalytical utilizando tubo de Cu, junto a ello se realizaron análisis de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier en un espectrómetro JASCO FT/IR-4100, de resolución normal de 4cm⁻¹, según la técnica de las pastillas de KBr.

- 15 Durante la etapa de electrocoagulación se tomaron 30 mL de la solución para el seguimiento de los siguientes parámetros: pH, conductividad y potencial Z (PZ)

EJEMPLO 6:

- 20 Inicialmente se fijaron las variables: densidad de corriente, carga, tipo de sal y temperatura. Luego, los electrodos fueron pulidos con una fina lija de agua, lavados con HNO₃ diluido y luego con agua desionizada antes del experimento.

Para llevar a cabo experimentos de electrocoagulación se usaron electrodos de AZ31-Al.

- 25 Los electrodos fueron posicionados verticalmente y separados a una distancia de 5 mm el uno del otro. Cada uno de los electrodos con área superficial sumergida de 46.6 cm².

Se preparó y se cargó la celda electroquímica con una solución de 5000 ppm de BaCl en 900 mL de agua desionizada.

Los electrodos fueron conectados a una fuente de poder DC digital con corriente constante de 5 mA; se utilizó polaridad directa e inversa.

- 30 La etapa de electrocoagulación duro aproximadamente 3 horas bajo agitación magnética a 100 rpm.

Posteriormente, la solución fue rápidamente filtrada y secada a 105°C durante tres horas. Luego, el producto fue macerado, clasificado en tamiz malla 60 (0.250 mm de abertura) y recolectado para caracterización.

El producto fue analizado mediante los difractogramas de rayos X de polvos en un difractometro XPert MRD de PaAnalytical utilizando tubo de Cu, junto a ello se realizaron análisis de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier en un espectrómetro JASCO FT/IR-4100, de resolución normal de 4cm⁻¹, según la técnica de las pastillas de KBr.

Durante la etapa de electrocoagulación se tomaron 30 mL de la solución para el seguimiento de los siguientes parámetros: pH, conductividad y potencial Z (PZ)

Tiempo (min)	Electrodo	Voltaje	Amperaje	Temperatura	Conductividad	PZ
0	Aluminio	3,1	0,36	ambiente (24°C)	4,011	-
5	Magnesio	3,8	0,36		4,016	28,44
13	Aluminio	2,8	0,36		4,023	38,8
18	Magnesio	3,6	0,36		4,041	42,75
26	Aluminio	3,2	0,36		4,022	41,76
31	Magnesio	3,5	0,36		4,011	36,67
39	Aluminio	2,7	0,36		4,002	30,38
44	Magnesio	3,8	0,36			
52	Aluminio	3,5	0,36			
57	Magnesio	2,7	0,36			
65	Aluminio	3,6	0,36			
70	Magnesio	2,8	0,36		3,987	-40,39
78	Aluminio	3,8	0,36			
83	Magnesio	2,7	0,36			
91	Aluminio	3,6	0,36			
96	Magnesio	2,1	0,36		3,898	32,15
104	Aluminio	3,7	0,36			
109	Magnesio	2,1	0,36			
117	Aluminio	3,1	0,36			
122	Magnesio	2	0,36		3,91	-28
130	Aluminio	2,8	0,36			
135	Magnesio	1,9	0,36			
143	Aluminio	2,8	0,36			
148	Magnesio	2,6	0,36			
156	Aluminio	1,9	0,36		3,947	39,45
161	Magnesio	2,7	0,36			
169	Aluminio	2,1	0,36			
174	Magnesio	2,7	0,36			
182	Aluminio	1,8	0,36			
187	Magnesio	2,8	0,36			
195	Fin		0,36			

Tabla 5. Reporte de seguimiento de la EC AZ31-AI

10

EJEMPLO 7 ÓXIDOS:

El producto obtenido en los ejemplos 1, 3, 4 luego de ser caracterizado fue calcinado a 200°C durante dos horas en horno bajo atmosfera de aire.

15

EJEMPLO 8 ÓXIDOS:

El producto obtenido en los ejemplos 1, 3, 4 luego de ser caracterizado fue calcinado a 400°C durante dos horas en horno bajo atmosfera de aire.

- 5 El Material sólido hidrotalcita del tipo HDL obtenido se caracteriza porque las hidrotalcitas se pueden calcinar bajo una atmósfera de aire, nitrógeno o cualquier otra atmósfera, entre 400-800°C por un tiempo entre 2-8 horas.

el producto de calcinación se puede rehidratar por su adición en un medio acuoso que contenga aditivos o anión diferente al que contenía inicialmente.

10

Muestra	HDL	Al(OH) ₃	Mg(OH) ₂	BaCO ₃
EJEMPLO 2	a=3.05	a=4.95	a=12.24	
	b=3.05	b=9.67	b=3.81	
	c=22.97	c=8.79	c=6.49	
EJEMPLO 3	a=3.04	a=4.97		
	b=3.04	b=9.61		
	c=23.34	c=8.70		
EJEMPLO 4	a=3.04	a=5.09		
	b=3.04	b=9.67		
	c=23.87	c=8.67		
EJEMPLO 5	a=3.03	a=5.09		a=6.28
	b=3.03	b=9.57		b=5.28
	c=22.83	c=8.68		c=8.98
EJEMPLO 6	a=3.03	a=5.13		a=6.43
	b=3.03	b=9.58		b=5.29
	c=22.70	c=8.69		c=8.93

Tabla 6. Parámetros de Red (Å)

15

Muestra	HDL		Al(OH) ₃		BaCO ₃		χ ²
	wt%	10 ⁶ pm ³	wt%	10 ⁶ pm ³	wt%	10 ⁶ pm ³	
EJEMPLO 2	72	185.076	28	420.74			1.1
EJEMPLO 3	49.43	187.33	50.5	416.38			2.11
EJEMPLO 4	84.87	183.36	15.13	427.44			1.85
EJEMPLO 5	60.45	182.18	37.88	423.65	1.66	298.29	1.58
EJEMPLO 6	54.6	181.34	41.72	428.34	3.7	304.83	1.54

Tabla 7. Fracción de fase (wt%) y Volumen de la celda (10⁶pm³)

El material sólido hidrotalcita del tipo HDL obtenido es reutilizable en procesos de remoción de aniones para la obtención de óxidos metálicos y se caracteriza porque comprende compuestos de tres o más cationes metálicos de doble capa.

Las hidrotalcitas obtenidas presentan valores de área superficial específica entre 60 y 400 m2/g, volumen del poro entre 0.20-0.50 cm3/g, tamaño del poro entre 50-90 Å, tamaño de partícula promedio entre 270-300 Å y diámetro promedio de poros entre 4-50 nm.

Aunque la presente invención ha quedado descrita con las realizaciones preferentes mostradas, queda entendido que las modificaciones y variaciones que conserven el espíritu y el alcance de esta invención se entienden dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.