

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
  - a. Inicialmente el material zeolítico se pone en contacto con sales de vanadio en estados de oxidación +4 y el contacto puede darse por impregnación, intercambio de la zeolita en un licor conteniendo vanadio en esos estados de oxidación.
  - b. Selección del material de partida es zeolita pristina (recién sintetizada) en su forma sódica. La zeolita es modificada previamente mediante proceso hidrotérmicos, donde el material silíceo o aluminosilicato es 100% cristalino.
  - c. La concentración de ion alcalino dentro de la zeolita varía entre el 0% y el 100% de la zeolita sódica correspondiente a NaY, NaX, NaMor, NaMFI.
  - d. Posteriormente adición del vanadio a la zeolita de forma controlada. Adición que se realiza por intercambio iónico entre los iones de la zeolita y los iones de vanadio de la disolución. Para esta invención se prefieren sales de vanadio en estado de oxidación (IV), solubles en agua:  $\text{VOSO}_4$ ,  $\text{VOCl}_2$ .
  - e. La adición de vanadio se realiza en medio acuoso para un rango de concentración entre 0,01% p/p y 2% p/p y un rango de temperaturas entre 0°C y 120 °C mientras el agua se mantenga líquida. Durante el proceso se emplea un mezclado de la disolución acuosa que contiene el vanadio con el polvo de la zeolita.
  - f. Luego, al final del proceso de intercambio la zeolita se separa de la disolución acuosa que contiene los iones alcalinos que se han intercambiado y el exceso de iones de vanadio que no se intercambiaron. En el caso de la impregnación de igual manera se prefieren las sales de V(IV) sobre los otros estados de oxidación del vanadio.
  - g. Los pasos 1 y 2 se pueden fusionar si se sintetiza la zeolita en presencia de iones catiónicos de vanadio. Se pueden usar las mismas sales (que contienen vanadio catiónico solubles en agua) incorporadas en el proceso de síntesis de las zeolitas.
  - h. Posteriormente, la pasta de zeolita que ya contiene vanadio en los sitios de intercambio es sometida a tratamiento térmico o hidrotérmico en presencia de vapor de agua proveniente del agua que contiene la zeolita o de vapor de agua adicional. La temperatura de este tratamiento debe estar entre 450 °C y 700 °C.

- 5 La rampa de calentamiento puede estar entre 1 °C y 100 °C/min. El tiempo del tratamiento no es crítico, puede variar entre 5 a 10 horas.
- i. Una vez se han generado los mesoporos se remueve el vanadio con disoluciones acuosas de NaOH e hipoclorito de sodio. La concentración de estos agentes de remoción de vanadio puede variar desde 0,005 M hasta 2 M. Los
- 10 tiempos y temperaturas de contacto dependen de las concentraciones del agente de remoción y de la cantidad de vanadio a remover, pero típicamente se encuentran desde 1 minutos a 3 horas, las temperaturas desde ambiente (25 °C) hasta 150 °C.
- j. Las condiciones de remoción son: temperatura de 65 °C y concentración de 0,2M
- 15 para remover el 98% del vanadio utilizado en el proceso de generación de mesoporos.
- k. Las zeolitas mesoporosas a las que se les ha removido el vanadio se someten a intercambio iónico con iones amonio, en la forma de nitrato o cloruro de amonio acuoso, utilizando un filtro tambor o filtro prensa.
- 20 l. Como algo del vanadio queda en estado de oxidación (IV), este no se remueve con facilidad con NaOH, para ayudar a la remoción del vanadio, a las disoluciones de intercambio se les agrega H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 5% en peso.
- m. La zeolita amónica se somete a un proceso térmico entre 400 °C y 700 °C que la convierte a la forma ácida o al proceso de ultra estabilización a condiciones
- 25 de temperatura está entre 400 °C y 800 °C y la concentración de agua en la atmósfera del tratamiento entre el 20% y el 100%.
2. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado
- 30 porque el material zeolítico se pone en contacto con sales de vanadio en estado de oxidación +5, +3 o +2.
3. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado
- 35 porque el material zeolítico se ponen contacto con sales de vanadio por impregnación o síntesis directa.
4. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado
- 40 porque la selección del material de partida es zeolita pristina en su forma amónica o ácida.
5. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado
- 45 porque la zeolita es modificada previamente mediante proceso térmicos, extracción o con ácido,

5

6. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado porque la zeolita modificada previamente es material silíceo o aluminosilicato presenta una porción amorfa que puede contener aluminio y silicio extrarred, conocidos respectivamente como EFAI y EFSi.

10

7. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado porque la adición del vanadio a la zeolita de forma controlada se realiza por impregnación.

15

8. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado porque la adición de vanadio se realiza en medio acuoso utiliza el método de impregnación húmeda incipiente.

20

9. El proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez de la reivindicación 1 caracterizado porque una vez se han generado los mesoporos se remueve el vanadio con disoluciones acuosas de EDTA, ácidos minerales como HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, cítrico, oxálico o acético.

25

10. Una zeolita mesoporosa de alta acidez mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez caracterizado porque presenta las siguientes características:

30

h. Una acidez entre 1000 a 3500 (micromoles/g).

i. Una cristalinidad entre 70 -100.

j. Un área BET entre 600 – 800 m<sup>2</sup>/g.

k. Una concentración de vanadio entre 0,68% a 0,69 % (p/p)

35

l. Un volumen de microporo entre 0,2 – 0,4 (cm<sup>3</sup>/g)

m. Un área de microporo entre 600 - 800 (m<sup>2</sup>/g)

n. Un área superficial externa entre 20 - 60 (m<sup>2</sup>/g)

40