

REMOCIÓN DE CROMO EN AGUA MEDIANTE ADSORCION EN  
NANOPARTICULAS DE MAGNETITA

MAGDA MELISA MENDOZA MOGOLLON

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA  
INGENIERIAS Y ARQUITECTURA

INGENIERIA AMBIENTAL

PAMPLONA

2016

REMOCIÓN DE CROMO EN AGUA MEDIANTE ADSORCION EN  
NANOPARTICULA DE MAGNETITA

MAGDA MELISA MENDOZA MOGOLLÓN

TRABAJO DE GRADO

Director

JAQUELINE CORREDOR ACUÑA

PhD, Ingeniera Química,

Codirector

MARIO JAVIER VARGAS CAÑAS

PhD, Ingeniero Químico.

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA  
INGENIERIAS Y ARQUITECTURA

INGENIERIA AMBIENTAL

PAMPLONA

2016

Nota de Aceptación

---

---

---

---

Presidente del Jurado

---

Jurado

---

Jurado



*A mis padres Carmen y Álvaro por ser el*

*Principal apoyo en mis estudios.*

*A mis amigos que fueron un gran*

*Soporte emocional.*

## Agradecimientos

Ante todo quiero agradecer a Dios, por darme fuerza y sabiduría todos los días, y por interceder para que ante mí hubieran aparecido personas que se convirtieron en un apoyo incondicional durante todo el proyecto

- Agradezco de todo corazón a mi directora de tesis Dra Jacqueline Corredor, por darme su voto de confianza y aceptar dirigirme, por dedicarme tiempo para enseñarme y corregirme, por compartirme su conocimiento y sobre todo por siempre ser un apoyo incondicional.
- Al departamento de Física y Geología de la Universidad de Pamplona sede Pamplona, por prestarme sus laboratorios.
- A las auxiliares de los laboratorios de Bioquímica y Gestión de calidad de la Universidad de Pamplona, por brindarme su ayuda y ser incondicionales.
- A todos los docentes del programa de ingeniería ambiental y también a los que no pertenecen a él, pero que por algún motivo formaron parte de mi educación, porque gracias a ellos mi formación como ingeniera ambiental fue un camino con grandes satisfacciones y basado en un conocimiento integral.
- A la Universidad de Pamplona, por ser la institución que me abrió las puertas para iniciar con mi sueño de ser Ingeniera Ambiental.



## CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN.....	15
4.. OBJETIVOS .....	16
2.1 OBJETIVO GENERAL .....	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	17
3 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	17
3.1 DEFINICIÓN DEL PROBLEMA.....	18
3.2 JUSTIFICACIÓN .....	18
4. MARCO TEÓRICO .....	20
4.1 Metales pesados .....	20
4.2 Métodos de Tratamiento .....	20
4.2.1 Procesos Físicos-Químicos .....	20
4.2.2 Membranas (Ósmosis inversa) .....	21
4.2.3 Adsorción.....	21
4.3. Isotermas de absorción.....	27
4.3.1. Isoterma de Langmuir.....	27
4.3.2 Isoterma de Freundlich.....	29
4.5 Cromo .....	31
4.5.1 Química Ambiental del cromo .....	31
5.1 MATERIALES .....	34
5.2 METODOLOGÍA.....	34
5.2.1 Síntesis de Magnetita .....	34
5.2.2 Medición de la capacidad adsorbente. Isotermas de adsorción. ....	37
5.2.3 Fase Experimental: adsorción de cromo con magnetita como material adsorbente.....	38
5.2.3 Análisis de concentración de cromo.....	39
6 DESARROLLO DEL PROYECTO.....	42
6.1.1 Medición de la capacidad adsorbente. Isotermas de adsorción. ....	42
6.2 ANÁLISIS DEL DESARROLLO DEL PROYECTO .....	46



6.2 CRONOGRAMA..... 47  
CONCLUSIONES..... 48  
RECOMENDACIONES ..... 49  
BIBLIOGRAFÍA..... 50

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Estructura de la magnetita. (a) modelo poliédrico con capas alternadas de octaedros y tetraedros. (b) modelo en celda unitaria. (c) arreglo octaédrico y tetraédrico.	23
Figura 2. Estructura cristalina de espinela inversa propia de la magnetita	23
Figura 3. Imágenes TEM de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .	24
Figura 4. Numero de moles absorbidas vs concentración en equilibrio	27
Figura 5. Isoterma de Langmuir	28
Figura 6. Contribucion del cromo al ambiente	31
Figura 7. Ciclo ambiental del cromo	32
Figura 8. Filtración de FeCl <sub>2</sub> , FeCl <sub>3</sub> y NaOH	34
Figura 9. Solución en agitación constante con temperatura de 90°C	34
Figura 10. Diagrama de flujo, síntesis de magnetita.	35

Figura 11. Solución de $K_2CrO_4$ , con pH básico, neutro y ácido respectivamente siendo básico el de la margen izquierda.	37
Figura 12. Adsorción de cromo en magnetita con agitación constante	37
Figura 13. Espectrofotómetro de Absorción Atómica, Shimadzu , AA-7000	38
Figura 14. Marca del Espectrofotómetro de Absorción Atómica utilizado	38
Figura 15. Número de moles adsorbidos por gramo de carbón Vs concentración de ácido en equilibrio	41
Figura 16. Cociente de concentración en equilibrio y número de moles por gramo adsorbido contra la concentración en equilibrio	42.
Figura 17. Recta de Calibración usada en los ensayos de adsorción	43
Figura 18. Parámetros usados en los ensayos de adsorción	44
Figura 19. Cronograma y descripción de Actividades	44

## LISTA DE TABLAS

Pág.

Tabla 1. Concentración de la disolución de cada erlenmeyer	35
Tabla 2. Concentración de la disolución de cada erlenmeyer	37
Tabla 3. NaOH gastado	41
Tabla 4. Concentración de ácido acético en equilibrio C	41
Tabla 5. Reporte del cálculo de Moles adsorbidas "Nm" y el cociente entre C y Nm	42
Tabla 6. Reporte de concentraciones de cromo finales	43

## LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Estandarización del NaOH	50

## RESUMEN

Este trabajo se realizó en varias etapas, iniciando por la síntesis de las nanopartículas de magnetita siguiendo el método de coprecipitación química usando 70,04 gr de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 25,6958 gr de  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 62,1855 gr de NaOH y  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ , 0,5 M, teniendo como resultado una producción de magnetita de 30 gr. Para determinar la capacidad absorbente de la magnetita se realizaron pruebas de isotermas de adsorción, donde el número de moles adsorbida por gramo fue de  $3,0012 \times 10^{-3} \text{ mol/gr}$ .

Utilizando las partículas sintetizadas se hicieron ensayos de adsorción para remover el cromo presente en aguas residuales, que comúnmente provienen de casas e industrias que sin ningún tratamiento vierten sus aguas a los cauces, convirtiéndose así en grandes problemas medioambientales, ya que causa la mortalidad de los peces, el envenenamiento de ganado, mortalidad de plancton, alteración en la morfología de algas, en la salud humana causa erupciones cutáneas, malestar de estómago y úlceras, problemas respiratorios, alteración del material genético, cáncer de pulmón, entre otras. Sin embargo, en el proyecto se utilizó agua sintética 750 ml con concentraciones de cromo de 836 ppm que resultan similares a la concentración que el agua residual producto de actividades industriales tendría.

Durante los ensayos de remoción mediante adsorción, se estudió las variables de tiempo de contacto (20, 40, y 60 minutos) y pH (básico 12, neutro 7 y ácido 4), dejando una concentración de cromo constante 836 ppm. Para determinar la cantidad de cromo removido, se llevó a análisis de espectrofotometría de absorción atómica las muestras tomadas de los ensayos de adsorción.

Los resultados obtenidos permiten concluir que la adsorción presenta mayor rendimiento a un pH ácido 4, dándole un tiempo de contacto de 60 minutos, cuando la concentración del metal pesado, en este caso el cromo es de 836 ppm.

**PALABRAS CLAVE:** Adsorción, aguas residuales, magnetita, cromo

## 1. INTRODUCCIÓN

Según la evaluación realizada por el proyecto GIWA (The GIWA Final Report “Challenges to International Waters”, GIWA (Global International Waters Assessment), la presión de las actividades humanas a escala global está deteriorando la capacidad de los ecosistemas acuáticos para cumplir con sus funciones esenciales, lo que perjudica la calidad de vida y el desarrollo social. Básicamente esas intervenciones humanas se dan a través del sobre uso del recurso, la contaminación, la sobrepesca y la modificación de los hábitat acuáticos [1]. Por ende es prioridad de la humanidad conservar los ecosistemas acuáticos para hacerle frente a la escasez de agua que atraviesan muchas sociedades del mundo.

La escasez de agua es un fenómeno no solo natural, sino también causado por la acción del ser humano. Hay suficiente agua potable en el planeta para abastecer a los 7.000 millones de personas que lo habitamos, pero ésta está distribuida de forma irregular, se desperdicia, está contaminada y se gestiona de forma insostenible [2].

La contaminación de los ecosistemas acuáticos y en específico del recurso hídricas, proviene de acciones naturales y antrópicas, la segunda con más relevancia a causa de las múltiples actividades que se realizan con fin de satisfacer a la humanidad. La industria por tanto, es ahora uno de los responsables de llevar al límite las funciones de sumideros de los ecosistemas, trayendo como resultado entre muchas cosas, aguas contaminadas con niveles superiores a los que los que los resaltos hidráulicos de cualquier cause pueden eliminar. Dichos contaminantes son de diferente naturaleza y composición como hidrocarburos, fertilizantes, insecticidas, detergentes, metales...cada uno de estos con diferentes efectos sobre el ambiente y la salud humana, en mayor relevancia los metales pesados.

Los metales pesados son elementos químicos que poseen interés ambiental por las repercusiones que éstos tienen con su presencia en los diferentes compartimientos ambientales [3]. Se ha reportado altas concentraciones de estos metales en aguas residuales procedentes de procesos industriales, que al ser vertidas sin tratamientos a las fuentes hídricas constituyen uno de los grandes problemas ambientales [4]. El cromo es uno de los metales pesados encontrados en aguas residuales, provenientes principalmente de los procesos de industrias como la de textiles,

pieles, pinturas, barnices y tintas. Los diversos compuestos de cromo (Cr) representan una gran amenaza al ambiente y al hombre debido a sus efectos nocivos. Las intoxicaciones se manifiestan en lesiones renales, gastrointestinales, del hígado, del riñón, de la glándula tiroides y la médula ósea, y la velocidad corporal de eliminación es muy lenta [5].

En estos efluentes, el Cr puede encontrarse como hexavalente  $\text{Cr}^{6+}$  (en forma de ion cromato  $\text{CrO}_4^{2-}$  o del ion dicromato  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ; o como trivalente  $\text{Cr}^{3+}$ ; este último es más estable y 1.000 veces menos tóxico que el  $\text{Cr}^{6+}$ ). En la mayoría de casos, el nivel de Cr total que se encuentra en los cuerpos de agua es bajo ( $10 \mu\text{g/L}$ ), dado que en el rango de pH en los que se encuentra el agua, el  $\text{Cr}^{3+}$  se encuentra en la forma de  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ , que es insoluble. El  $\text{Cr}^{6+}$  es soluble predominando la forma de  $\text{CrO}_4^{2-}$  y donde a pH ácidos solo existe el  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . Sin embargo, cuando se vierten a los ríos los efluentes, la contaminación alcanza concentraciones superiores a los  $25 \mu\text{g/L}$  [6]

Se han estudiado diversos métodos para lograr remover cromo y se han utilizado diferentes materiales para lograrlo. Los procesos más comunes implican la precipitación mediante hidróxidos o sulfuros, la oxidación-reducción, intercambio iónico, separación sólido-liquido mediante decantación-flotación y la separación mediante membranas. Pero el mayor inconveniente de estos tratamientos es la formación de lodos que tienen que estar sujetos a restricciones o la baja eficiencia del proceso en el caso de las membranas [7]. La adsorción es también un método que remueve cromo, el adsorbente más utilizado y estudiado suele ser el carbón activado, sin embargo, su uso puede resultar muy costoso. La tendencia entonces, es encontrar un material absorbente que resulte económico y que sus porcentajes de remoción sean altos.

En el presente trabajo se utilizó como agente adsorbente la magnetita, sintetizada en laboratorio utilizando  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{NaOH}$  y  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ , para lograr remover la mayor cantidad de cromo variando los parámetros de pH y tiempo de contacto.

La magnetita es ferri magnética, semiconductor y difiere de los otros óxidos de hierro también utilizados como material adsorbente porque contiene tanto hierro divalente como trivalente, característica que la hace única [9], para el tratamiento de metales pesados.

#### 4.. OBJETIVOS



## 2.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar la efectividad de las nano partículas de magnetita para adsorber cromo VI en agua sintética.

## 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Sintetizar magnetita pura en laboratorio.

Estudiar el efecto del pH y tiempo de contacto en la adsorción de cromo en magnetitas.

Determinar las condiciones en las que la magnetita sintetizada presenta mayor efecto de remoción de cromo.

## 3 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

### 3.1 DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

Los efluentes provenientes de actividades industriales contienen grandes concentraciones de metales pesados, estos efluentes requieren un tratamiento antes de ser vertidos al cauce, sin embargo, en la mayoría de casos este tratamiento es omitido, por lo tanto los efluentes son contaminados.

El cromo es un metal pesado con altas concentraciones en los cuerpos de agua, derivado de los vertimientos de aguas residuales de industrias que tienen dentro de sus procesos la utilización de este reactivo

Se utiliza en la industria metalurgia para aportar resistencia a la corrosión y un acabado brillante. En aleaciones, por ejemplo, el acero inoxidable que contiene más de un 8% en cromo. En procesos de cromado (depositar una capa protectora mediante electrodeposición). También se utiliza en el anodizado del aluminio. Los cromatos y óxidos se emplean como mordientes en colorantes y pinturas, debido a sus variados colores. El dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) es un reactivo químico que se emplea en la limpieza de material de vidrio de laboratorio, y como agente valorante en análisis volumétricos. Es común el uso del cromo y de alguno de sus óxidos como catalizadores, por ejemplo, en la síntesis de amoníaco ( $NH_3$ ). El mineral cromita ( $Cr_2O_3 \cdot FeO$ ) se emplea en moldes para la fabricación de ladrillos (en general, para fabricar materiales refractarios). Con todo, una buena parte de la cromita consumida se emplea para la obtención de aleaciones de cromo. En el curtido del cuero es frecuente emplear el denominado "curtido al cromo" en el que se emplea hidroxisulfato de cromo (III) ( $Cr(OH)(SO_4)$ ), entre otros.

### 3.2 JUSTIFICACIÓN

Al llegar altas concentraciones de metales pesados a los efluentes se convierten en un gran problema medio ambiental, porque sus efectos sobre el sistema acuático llegan a ser colaterales.

Los efectos causados por concentraciones de cromo en el medio acuático producen cambios bioquímicos fisiológicos en las poblaciones en diverso grado, y dependiendo de su sensibilidad, lo que conlleva a un desequilibrio de todo el ecosistema, afectando así no solo al medio físico sino también a la economía. Por otro lado debido a la disponibilidad de metales en las aguas superficiales, el cromo

pueden dañar las agallas de los peces que nadan cerca del punto de vertido. En animales el Cromo puede causar problemas respiratorios, una baja disponibilidad puede dar lugar a contraer las enfermedades, defectos de nacimiento, infertilidad y formación de tumores.

Se hace entonces necesario que las aguas residuales sean caracterizadas y tratadas según sus componentes. Al tener metales pesados una de las soluciones es removerlos con adsorción utilizando como material adsorbente los óxidos de hierro, estas partículas retienen los metales pesados como el cromo y los precipitan haciendo más fácil su posterior eliminación. Utilizar la magnetita, compuesto que dentro de sus características esta ser altamente magnética, facilita la adsorción de metales y su posterior eliminación, porque utilizando métodos de imantación la remoción de los precipitados resultaría sencilla.

## 4. MARCO TEÓRICO

### 4.1 Metales pesados

Los metales pesados constituyen un grupo cercano a los 40 elementos de la Tabla Periódica que tienen una densidad mayor o igual a  $5 \text{ g/cm}^3$ . El rasgo distintivo de la fisiología de los metales pesados, es que aún cuando muchos de ellos son esenciales para el crecimiento como el Na, K, Mg, Ca, V, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn y Mo, se ha reportado que también tienen efectos tóxicos sobre las células, principalmente como resultado de su capacidad para alterar o desnaturalizar las proteínas. Debido a su movilidad en los ecosistemas acuáticos naturales y a su toxicidad para las formas superiores de vida, los iones de metales pesados presentes en los abastecimientos de aguas superficiales y subterráneos, se les ha dado prioridad como los contaminantes inorgánicos más importantes en el ambiente. Aun cuando se encuentren presentes en cantidades bajas e indetectables, la recalcitrancia y consiguiente persistencia de los metales pesados en cuerpos de agua, implica que a través de procesos naturales como la biomagnificación, su concentración puede llegar a ser tan elevada que empiece a ser tóxica. Los metales pesados pueden ser detectados ya sea en su estado elemental, lo que implica que no sufren modificaciones, o enlazados en varios complejos con sales.[9]

La Organización Mundial de la Salud (OMS), estableció que la máxima concentración de iones de metales pesados en el agua debe estar en un rango de 0,01-1 ppm, sin embargo, en la actualidad se reportan concentraciones de iones de metales pesados hasta de 450 ppm en los efluentes [10].

### 4.2 Métodos de Tratamiento

#### 4.2.1 Procesos Físicos-Químicos

El intercambio iónico es un proceso por medio del que un sólido insoluble remueve iones de cargas positivas o negativas de una solución electrolítica y transfiere otros iones de carga similar a la solución en una cantidad equivalente. Este proceso ocurre sin que existan cambios estructurales en el sólido. Si los sólidos intercambian iones positivos (cationes) se denominan intercambiadores catiónicos e intercambiadores aniónicos si intercambian iones negativos (aniones). El intercambio iónico es un fenómeno muy frecuente en la naturaleza. Las arcillas, coloides y humus vegetales del suelo, tienen la propiedad de intercambiar algunos

de sus cationes transportados por las corrientes de agua y abonos (calcio y magnesio); así la nutrición de la litosfera en lo relativo a sales minerales, depende de las propiedades químicas del suelo, especialmente de sus cationes intercambiables y de la capacidad del intercambio del mismo. El intercambio iónico es un fenómeno dinámico; corresponde al proceso de adsorción lo implica el contacto, generalmente en forma de gel que contienen grupos ionizables y constituyen un gran ión insoluble, asociado a iones móviles de carga opuesta. A lo largo de la reacción la estructura física del cambiador mantiene la propiedad de tomar u almacenar en forma selectiva una o más especies de soluto contenidos originalmente en el fluido [11].

#### 4.2.2 Membranas (Ósmosis inversa)

En proceso de la osmosis inversa el agua es forzada a cruzar una membrana, dejando las impurezas detrás. La permeabilidad de la membrana puede ser tan pequeña, que prácticamente todas las impurezas, moléculas de la sal, bacterias y los virus son separados del agua. Es uno de los procedimientos más nuevos para los tratamientos de aguas ya sea para uso en calderas de alta presión, productos farmacéuticos y cosméticas, consumo humano, potabilización del agua del mar, diálisis etc. Su uso se está extendiendo rápidamente, debido a su gran versatilidad y a los cada vez más reducidos costos de los equipos y al valor del agua purificada o permeada por unidad de volumen; se considera a la ósmosis inversa como un hiperfiltro, que permite eliminar en un 80 a 98% de sales disueltas u otros contaminantes como son las bacterias, o microbios presentes en el agua [11].

#### 4.2.3 Adsorción

La adsorción es un fenómeno superficial que implica a un adsorbato y un adsorbente debido a la aparición de fuerzas de interacción entre ambos. [11]

Cabe distinguir tres tipos de adsorción según que la atracción entre el soluto y el adsorbente sea de tipo iónico, de Van der Waals o de naturaleza física y de naturaleza química. La adsorción del primer tipo cae dentro del intercambio iónico y a menudo se le llama adsorción por intercambio, que es un proceso mediante el cual los iones de una sustancia se concentran en una superficie como resultado de la atracción electrostática en los lugares cargados de la superficie. Para dos adsorbatos iónicos posibles, a igualdad de otros factores, la carga del ión es el factor determinante en la adsorción de intercambio. Para iones de igual carga, el tamaño molecular determina el orden de preferencia para la adsorción. La adsorción física está causada principalmente por las fuerzas de Van der Waals y electrostáticas, dándose éstas entre las moléculas del adsorbato y los átomos que

componen la superficie del adsorbente. Estos adsorbentes están caracterizados principalmente por las propiedades de la superficie, como su área superficial y polaridad. El ion es adsorbido por el sólido dependiendo de la carga relativa entre ambos. Este proceso puede ser lento o rápido, dependiendo mucho de la composición del adsorbente, del adsorbato y de la temperatura.[12].

La adsorción química o quimiadsorción es debida a fuerzas de naturaleza química, como por ejemplo compartición de electrones entre el contaminante y el sólido. Fundamentalmente es un proceso que depende de la temperatura, de la naturaleza química del sólido y de la concentración de la especie. Todos estos tipos diferentes de adsorción no tienen por qué darse de una forma independiente unos de otros. De hecho es sabido que en sistemas naturales se dan diversas formas de adsorción en la misma superficie sólida.[12]

Los procesos de adsorción dependen la naturaleza de la sustancia que se va a recuperar del medio (adsorbato) y de la estructura o las características del sólido adsorbente. Si se considera que el adsorbato son fosfatos, el proceso de adsorción depende de las condiciones experimentales como el pH, la concentración de soluto y adsorbente y del tamaño de la partícula.[12]. La importancia del pH en la solución, está relacionada a la fuerte adsorción de los iones hidronio e hidroxilo, dado que la misma afecta el grado de disociación del adsorbato, situación que se vuelve crucial, cuando dichos adsorbatos son contaminantes fenólicos [13].

Los materiales adsorbentes más utilizados son el carbón activado y los compuestos a base de óxidos de hierro como la magnetita.

#### 4.2.3.1 Carbón Activado

Es un material carbonaceo poroso, preparado por carbonización y posterior activación de sus moléculas de origen vegetal o mineral. La propiedad más importante es la gran adsorptividad, la cual es lograda por el desarrollo de una gran estructura porosa, alcanzando áreas superficiales alrededor de 900 – 1200 m<sup>2</sup> /g. Es un adsorbente muy versátil, pues reúne una serie de factores que lo muestran atractivo para muchos procesos. La superficie del carbón activo es esencialmente no polar, por ello no adsorbe fuertemente agua, así que puede ser utilizado para tratamiento de aguas o en procesos con gases húmedos. Son dos las características fundamentales en las que se basan las aplicaciones del carbón activado: elevada capacidad y baja selectividad de retención. La elevada capacidad de eliminación de sustancias se debe a la alta superficie interna que posee, si bien porosidad y distribución de tamaño de poros juegan un papel importancia [11].

#### 4.2.3.2 Magnetita

La magnetita cuenta con estructuras cristalina y magnética complejas que le dan propiedades muy interesantes. Por cristalizar en estructuras del mismo tipo, las espinelas deben su nombre al óxido  $MgAl_2O_4$  (espinela), en ellas se presentan cationes divalentes (valencia química 2+) y trivalentes (valencia 3+) en diferente ambiente [14]. En la tabla 1 se presentan algunas propiedades de la magnetita.

<b>Sistema Cristalino</b>	<b>Cúbico</b>
<b>Dimensione de la celda</b>	0,839 nm
<b>Densidad</b>	5,18 g * cm <sup>3</sup>
<b>Color</b>	Negro
<b>Dureza</b>	5 ½ (escala de Mohs)
<b>Tipo de magnetismo</b>	Ferrimagnética
<b>Temperatura Curi</b>	850 K
<b>Energía libre de formación estándar</b>	-1012,6 Kj- mol <sup>-1</sup>
<b>Parámetro de red</b>	A: 0,839 nm
<b>Resistividad Eléctrica</b>	10 <sup>5</sup> Ω * cm

Tabla 1. Propiedades de la magnetita [8]

Los usos de la magnetita están en los campos de la medicina, la navegación, el tratamiento de aguas, entre otros. Hay numerosos reportes en los que se devela la presencia de magnetita en Marte y otros lugares del sistema solar. Se ha encontrado incluso en el famoso meteorito ALH84001 y se ha relacionado su presencia con fósiles de microorganismos como indicativo posible de la presencia de vida en el

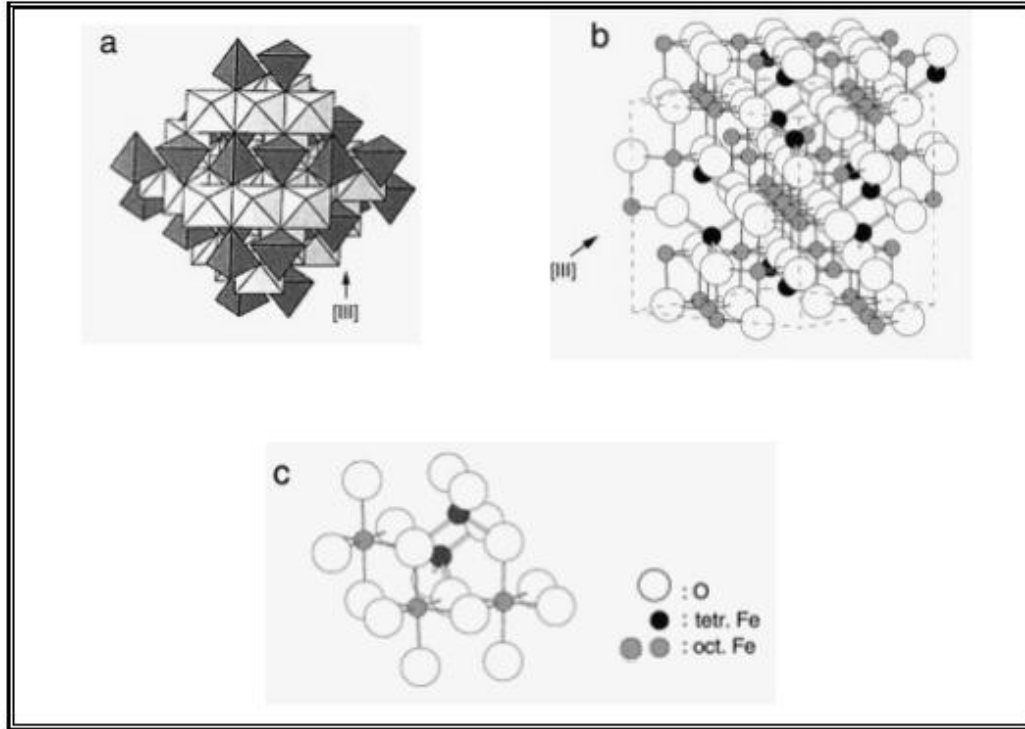


Figura 1. Estructura de la magnetita.(a) modelo poliédrico con capas alternadas de octaedros y tetraedros. (b) modelo en celda unitaria. (c) arreglo octaédrico y tetraédrico. [8]

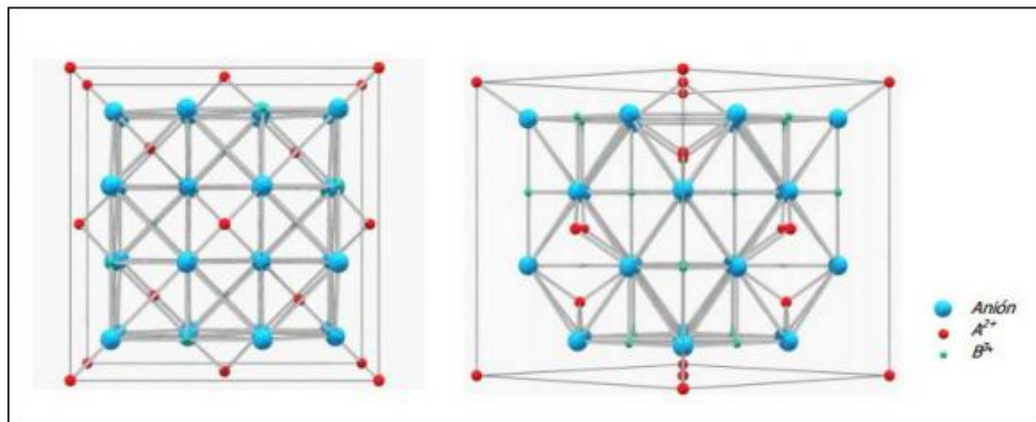


Figura 2. Estructura cristalina de espinela inversa propia de la magnetita [12]

La magnetita para el tratamiento de aguas consolida entonces una buena opción, debido a su capacidad adsorbente que comúnmente se mide con isothermas de adsorción.



#### 4.2.3.2.1 Métodos de formación

En los aceros la magnetita se forma de las capas de corrosión, donde el acceso de oxígeno es restringido de manera similar a como se forma en la naturaleza. En procesos de corrosión según Morcillo la formación de la magnetita se da por [30] :

- ✓ Oxidación moderna seguida de deshidratación total en pH neutro, ocurriendo en ambientes rural o urbano.
- ✓ Oxidación moderna seguida de deshidratación total en pH ácido, ocurriendo en ambiente industrial
- ✓ Reducción de lepidocrocita por mecanismos catódicos y deshidratación total en pH ácido, ocurriendo en ambiente industrial, urbano, urbano o marino.
- ✓ Unión directa de los iones ferrosos con agua en pH ácido, en el interior de picaduras.

#### 4.2.3.2.2 Métodos de síntesis

En los últimos años se han empleado diversos métodos de preparación de la magnetita como sol-gel, precipitación, spray-pirolisis, entre otros [15]. En la imagen 3 se puede observar la forma y dispersión de la magnetita sintetizada bajo diferentes condiciones.

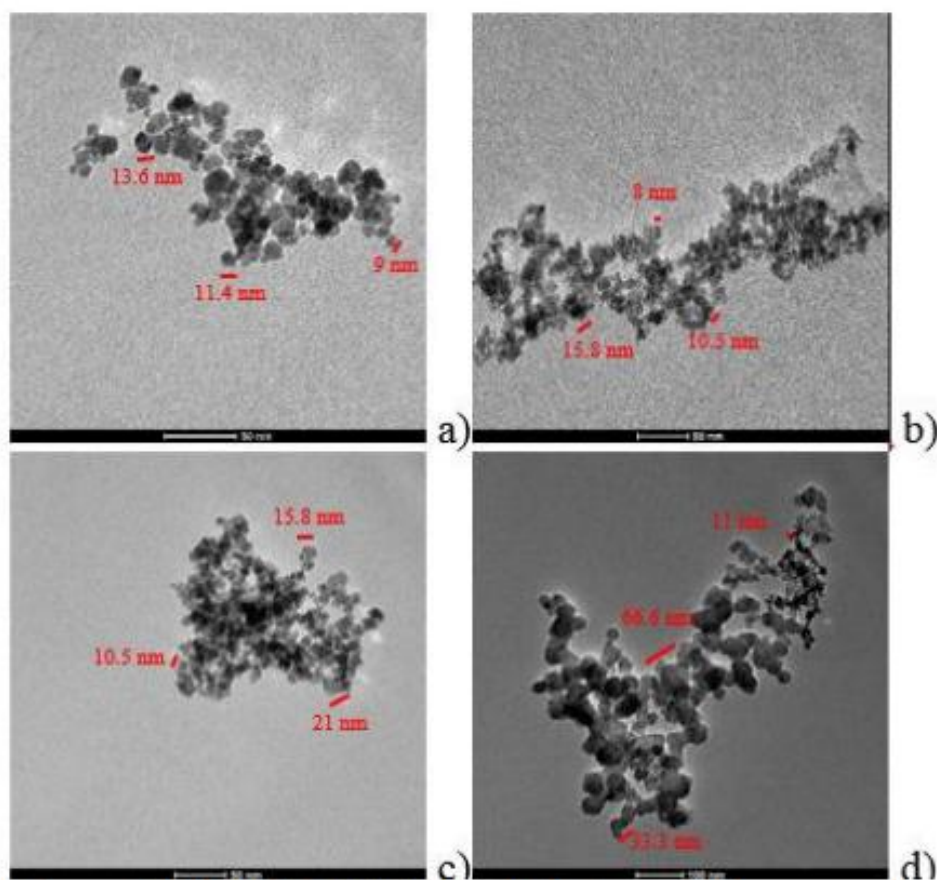


Figura 3. Imágenes TEM de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bajo las siguientes condiciones experimentales a) mg-1, 1000rpm, 50 °C y 45 minutos de agitación ,b) mg-2, 1000rpm, 50 °C y 30 minutos de agitación ,c) mg-3, 500rpm, 50 °C y 30 minutos de agitación y d) mg-4, 500rpm, 50 °C y 45 minutos de agitación.

#### 4.2.3.2.2.1 Sol-Gel

El proceso sol-gel permite la fabricación de materiales amorfos y policristalinos con características especiales en su composición y propiedades. Su utilidad radica en que necesita menor temperatura en comparación con los métodos tradicionales de fabricación de vidrios por fusión. El sol-gel es una ruta química que inicia con la síntesis de una suspensión coloidal de partículas sólidas o cúmulos en un líquido (sol) y la hidrólisis y condensación de éste sol para formar un material sólido lleno de solvente (gel). El solvente se le extrae al gel simplemente dejándolo reposar a temperatura ambiente durante un periodo de tiempo llamado envejecimiento, en el cual el gel se encogerá expulsando el solvente y agua residual [16]

#### 4.2.3.2.2.2 Precipitación

El método de precipitación de una fase sólida en el seno de una disolución permite el control de las características indicadas a través de los procesos de nucleación y crecimiento siendo, además, el que presenta más posibilidades de implementación industrial para la síntesis de polvos si se logran optimizar algunos aspectos del mismo. Aunque el proceso de precipitación en disoluciones homogéneas permite un buen control sobre la formación de las partículas sólidas, su duración y la cantidad de producto que se obtiene, unos pocos gramos, lo hacen inadecuado a nivel industria [17].

#### 4.2.3.2.2.3 Spray-Pirolisis

El proceso consiste básicamente en proyectar una disolución a través de una llama, lo que provoca la evaporación del disolvente y la precipitación del óxido de interés. Para el caso de obtención de nanopartículas, la principal dificultad reside en el hecho de atomizar suficientemente la disolución de partida, ya que el tamaño final de la partícula se relaciona directamente con el de la gota que se evapora.[18],[31]

#### 4.2.3.2.2.4 Coprecipitación

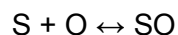
Este método hace uso de un periodo de inducción, nucleación y crecimiento con la ventaja de ser un método fácil, factible y económico para producir polvos ultra finos, homogéneos a temperaturas relativamente bajas dando como resultado homogeneidad en la micro estructura del producto al ser calcinado [19]

Para sintetizar óxidos de hierro bajo este método se utiliza sales de  $Fe^{+3}$  y  $Fe^{+2}$ , en una solución alcalina, es el método mas común, debido a la baja temperatura de reacción y las propiedades superficiales hidrofílicas de las partículas resultantes.[32]

### 4.3. Isotermas de absorción

#### 4.3.1. Isotherma de Langmuir

Este es un modelo de adsorción de monocapa (una sola capa de sorción, es decir, se adsorbe una sola molécula de sorbato por centro activo) de Langmuir (1918). Utilizando el símbolo S (índice s) para los sitios activos y el símbolo O (índice o) para el gas sorbato la reacción que supuestamente ocurre es



Para aplicar la isoterma de adsorción de Langmuir hay que tener en cuenta las siguientes hipótesis: [20]

- La adsorción del soluto está confinada en una capa monomolecular.
- La energía de adsorción es constante.
- La superficie es homogénea y la afinidad de cada lugar de interacción por las moléculas de soluto es la misma.
- No se tienen en cuenta las interacciones entre las moléculas adsorbidas.
- Las moléculas de soluto adsorbidas están localizadas, no se mueven por la superficie.

La isoterma de Langmuir está expresada como:

$$CX = a + bC \quad [20]$$

Donde  $C$  corresponde a la concentración de la solución de ácido 28cético dada en moles/litro,  $X$  es el número de moles de ácido acético adsorbidos por un gramo de carbón (moles/g),  $a$  es una constante dada en g/litro y  $b$  otra constante dada en g/mol.

Los datos se obtienen de forma experimental y representan en una gráfica muy parecidas a las siguientes:

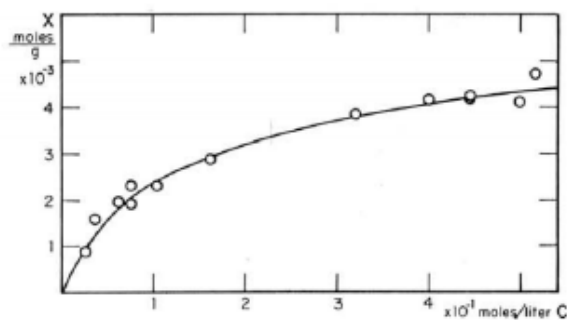


Figura 4. Numero de moles absorbidas vs concentración en equilibrio [20]

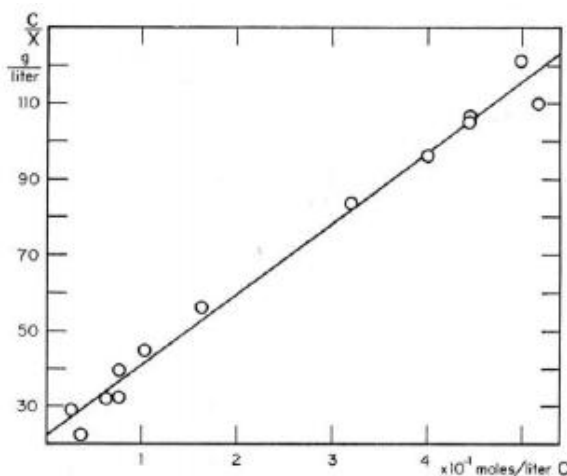


Figura 5. Isoterma de Langmuir [20]

Sacando de la figura dos la pendiente y el intercepto con el eje Y, se puede hallar el número de moles adsorbidas y el área superficial del adsorbente con las siguientes ecuaciones:

$$pendiente = \frac{1}{X}$$

$$Interseccion = \frac{1}{Xb}$$

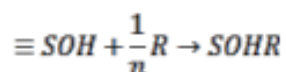
$$s = \frac{N_A}{x} \sigma$$

Donde b es el coeficiente de adsorción, N<sub>A</sub> es el número de Avogadro, X el número de moles por gramo y σ es el área superficial teórica de nuestro del adsorbente [20]

#### 4.3.2 Isoterma de Freundlich

Generalmente, los valores experimentales de adsorción de cationes inorgánicos no cumplen la condición de que todas las superficies del sorbente tienen la misma afinidad para las diferentes especies químicas del sorbato, por lo que describen una curva en lugar de la recta esperada por la isoterma de Langmuir [21]

La diferente afinidad de los sitios de adsorción puede considerarse proporcional a la actividad relativa del sorbato en la solución. Esta modificación se consigue mediante la introducción de un coeficiente estequiométrico (1/n), que controla la concentración efectiva del contaminante R. La reacción de adsorción será, por tanto



Aplicando la ley de acción de masas se obtiene:

$$K = \frac{[\equiv SOHR]}{[R]^{\frac{1}{n}}}$$

Donde K es la constante de adsorción de Freundlich, cuya isoterma suele escribirse en forma de concentraciones analíticas de la forma

$$q_e = K \cdot C_e^{1/n}$$

En una ecuación lineal se obtiene la siguiente ecuación

$$\log q_e = \log K + \frac{1}{n} \log C_e$$

#### 4.4 Espectroscopia de absorción atómica

El término espectroscopia significa la observación y el estudio del espectro, o registro que se tiene de una especie tal como una molécula, un ion o un átomo, cuando estas especies son excitadas por alguna fuente de energía que sea apropiada para el caso.[22]

En química analítica, la espectrometría de absorción atómica es una técnica para determinar la concentración de un elemento metálico determinado en una muestra. Puede utilizarse para analizar la concentración de más de 62 metales diferentes en una solución [23]

La espectroscopia atómica se puede dividir en tres clases [22]:

- Espectroscopía de Emisión Atómica (EEA)
- Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA)

- Espectroscopía de Fluorescencia Atómica (EFA)

Los componentes de un espectrofotómetro de absorción atómica son [22]:

- Una fuente de radiación que emita una línea específica correspondiente a la necesaria para efectuar una transición en los átomos del elemento analizado.
- Un nebulizador, que por aspiración de la muestra líquida, forme pequeñas gotas para una atomización más eficiente.
- Un Quemador, en el cual por efecto de la temperatura alcanzada en la combustión y por la reacción de combustión misma, se favorezca la formación de átomos a partir de los componentes en solución.
- Un sistema óptico que separe la radiación de longitud de onda de interés, de todas las demás radiaciones que entran a dicho sistema.
- Un detector o transductor, que sea capaz de transformar, en relación proporcional, las señales de intensidad de radiación electromagnética, en señales eléctricas o de intensidad de corriente.
- Un amplificador o sistema electrónico, que como su nombre lo indica amplifica la señal eléctrica producida, para que en el siguiente paso pueda ser procesada con circuitos y sistemas electrónicos comunes.
- un sistema de lectura en el cual la señal de intensidad de corriente, sea convertida a una señal que el operario pueda interpretar (ejemplo: transmitancia o absorbancia). Este sistema de lectura, puede ser una escala de aguja, una escala de dígitos, un graficador, una serie de datos que pueden ser procesados a su vez por una computadora, etc.

#### 4.5 Cromo

Es un metal que se encuentra dentro de los elementos de transición. Es un elemento químico se encuentra en el grupo 6, de La tabla periódica su símbolo es el Cr y su numérico atómico es el 24. Es común y ocupa el puesto 21 en abundancia entre los elementos de corteza terrestre. Es muy resistente a la corrosión y tiene el nivel más alto de +6, aunque estos compuestos son muy oxidantes. Los estados de oxidación +4 y +5 son poco frecuentes, mientras que los estados más estables son +2 y +3. . Es un metal de transición duro, quebradizo de color gris plateado brillante. Su masa atómica es 51,996; su punto de fusión es de 1.857 °C, su punto de ebullición de 2.672 °C y su densidad 7,2 g/cm<sup>3</sup>. [24]

##### 4.5.1 Química Ambiental del cromo

La forma química en la que se puede encontrar el Cromo en las agua dependerá de la presencia de materia orgánica presente, si esta en grandes cantidades, el cromo IV se reducirá a cromo III, el cual se podrá adsorber en las partículas o formar

complejos insolubles.[25]. El cromo llega a los diferentes compartimientos ambientales origen de muchas causas (ver figura 3) y procesos (Ver figura 4).

Emisiones volcánicas	< 1%
Ciclos biológicos	30%
• absorción por las plantas	15%
• intemperización de las rocas	15%
Emisiones de fuentes antropogénicas	70%
• producción minero metalúrgica	3%
• diversos usos	60%
• Procesos de combustión	7%

Figura 6. Contribucion del cromo al ambiente. [25]



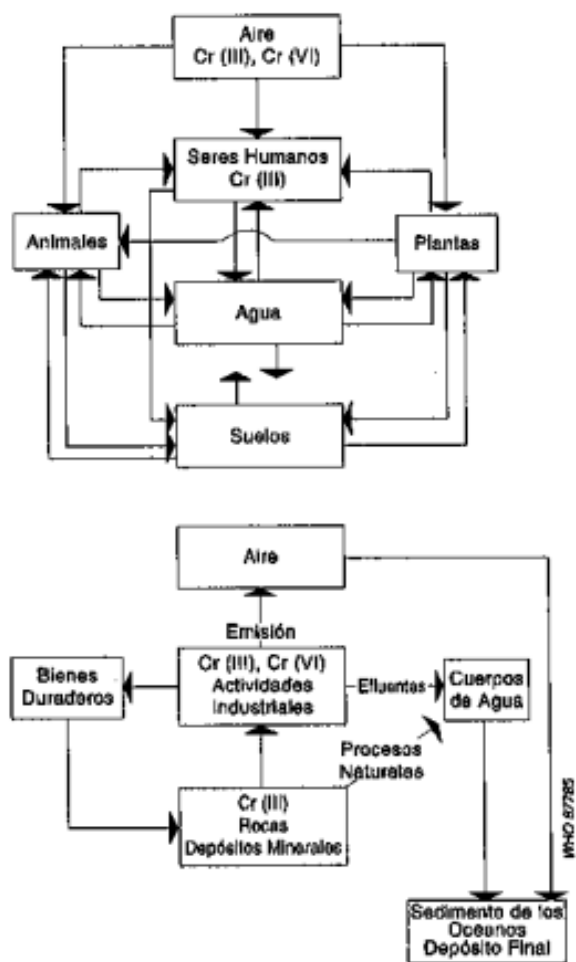


Figura 7. Ciclo ambiental del Cromo [25]

## 5. MATERIALES Y MÉTODOS

### 5.1 MATERIALES

- Mufla,
- Agitador Magnético,
- Bala de Nitrógeno grado 5, líneas de Nitrógeno,
- Plancha de Calentamiento,
- Liofilizador,
- Magnetos,
- Imanes,
- Todo tipo de material de vidrio de laboratorio (pipeta, bureta, vidrio reloj, balón aforado...)
- pH-Metro,
- $K_2CrO_4$  marca Merck ,
- $FeCl_3$  marca Merck,
- $FeCl_2$  marca Merck,
- Agua destilada,
- NaOH marca Merck,
- $CH_3COOH$  marca Merck.

### 5.2 METODOLOGÍA

#### 5.2.1 Síntesis de Magnetita

Se siguió el protocolo descrito por Sunghyun Yoon [26], se mezcló  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  y  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  previamente filtrados (ver figura 5) en una relación molar 2 a 1 en 200 ml de agua destilada, este proceso se realizó con agitación constante y en una atmósfera controlada de nitrógeno. Luego durante la agitación se agregó NaOH hasta lograr un pH básico de 13. Se mantuvo en agitación durante 45 minutos. Se elevó la temperatura a  $90^\circ C$  y se agregó 350 ml 0,5 M de citrato de sodio. Se dejó en agitación y temperatura de  $90^\circ C$  durante 1 hora (ver figura 6). Se realizó un lavado con agua destilada aproximadamente durante 2 meses, hasta que la conductividad que se midió del sobrenadante fue igual a la del agua destilada utilizada.



Figura 8. Filtración de  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  y  $\text{NaOH}$



Figura 9. Solución en agitación constante con temperatura de 90°C

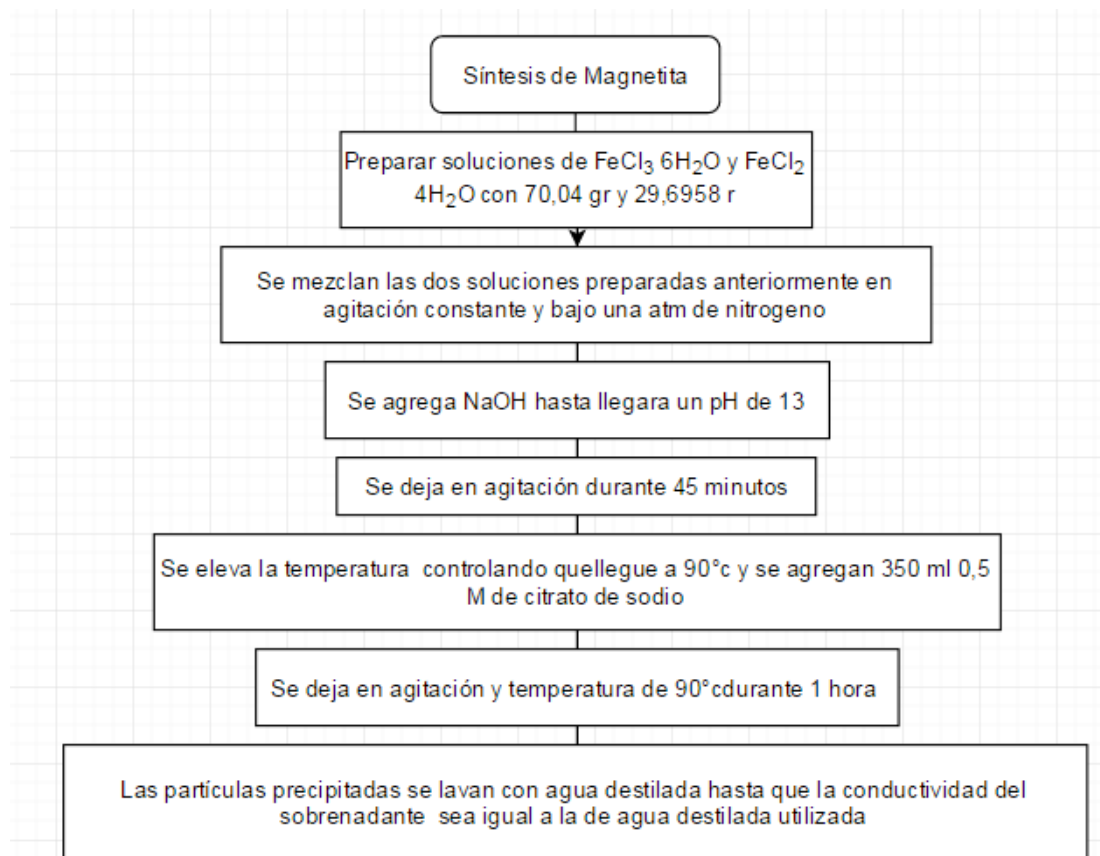


Figura 10. Diagrama de flujo, síntesis de magnetita.

### 5.2.2 Medición de la capacidad adsorbente. Isotermas de adsorción.

Se tomaron 6 erlenmeyer de 125 ml, en los que se pesó y agregó 1 gr de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  en cada erlenmeyer. Se agregó ácido acético 0.4 molar preparado y estandarizado con NaOH previamente (ver anexo 1), en el primer erlenmeyer se agregó 45 ml de ácido acético aforado con agua destilada hasta 50 ml, en el segundo erlenmeyer se agregó 25 ml de ácido acético aforado a 50 ml con agua destilada, en el tercero se tomó 15 ml de ácido acético, se aforó a 50 ml y se agregó en el erlenmeyer, en el cuarto se agregó 7,5 ml de ácido acético aforado a 50 ml, en el quinto se agregó 4 ml de ácido acético aforado a 50 ml con agua destilada y en el sexto erlenmeyer se agregó 2 ml de ácido acético aforado a 50 ml con agua destilada. En la figura 7 se muestra la concentración de ácido acético que quedó en cada erlenmeyer.

Matraz	Ácido acético (ml)	Agua (ml)	Concentración de Acido Acético Mol/L
1	45	5	0,4
2	25	25	0,2
3	15	35	0,13
4	7,5	42,5	0,06
5	4	46	0,03
6	2	48	0,01

Tabla 2. Concentración de la disolución de cada erlenmeyer

Cada uno de los erlenmeyer se dejó en agitación durante una hora.

De cada erlenmeyer se tomo una muestra de 20 ml, se le agrego 10 ml de agua destilada, se realizo una lectura del pH y se agrego NaOH 0.1 M (ver anexo 1) hasta llegar a un pH Neutro.

### 5.2.3 Fase Experimental: adsorción de cromo con magnetita como material adsorbente.

Se estudio el efecto del pH básico, neutro y acido en la solución de cromo; los tiempos de contacto fueron: 20 minutos, 40 minutos y 60 minutos, es decir, se pretendió realizar 9 ensayos, sin embargo, en pH básico la magnetita se precipita y no permite hacer contacto con el cromo por lo que el porcentaje de remoción no iba a ser significativo, el ion ferroso, que reduce al cromo hexavalente, es insoluble a pH >7 [27].

Dado lo anterior se realizo 7 ensayos, 3 en pH neutro, con cada uno de los tiempos de contacto, 3 en pH acido y 1 con pH básico; con PH neutro y acido se realizo ensayos con cada uno de los tiempos de contacto, estas evaluaciones se hicieron por replicado, en pH básico se tomo un tiempo de contacto de 40 minutos.

Esta fase experimental comenzó pesando 1 gr de material adsorbente "magnetita" seca y agregándola en un erlenmeyer de 250 ml para cada uno de los ensayos. Posteriormente se ajusto las soluciones de Cromato de potasio (8 ppm) a valores de pH de 7, 4 y 12 (ver figura 7). El volumen de la solución de Cromato de potasio fue de 50 ml. Culminado el tiempo de contacto que se realizo en agitación constante (ver figura 8), de cada uno de los erlenmeyer se tomo una muestra del sobrenadante que se filtro y se almaceno para su posterior análisis.



Figura 11. Solución de  $K_2CrO_4$ , con pH básico, neutro y ácido respectivamente siendo básico el de la margen izquierda.

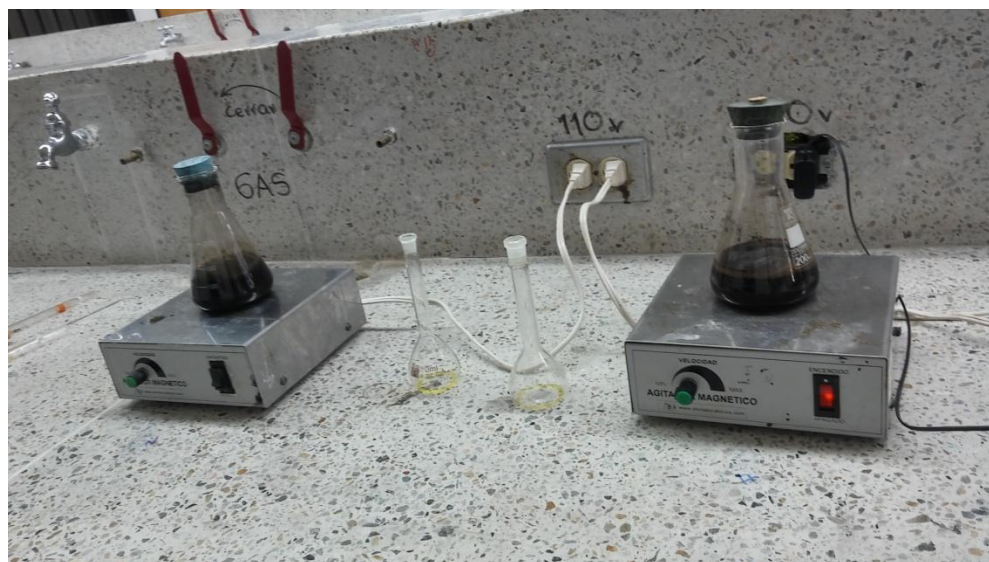


Figura 12. Adsorción de cromo en magnetita con agitación constante

### 5.2.3 Análisis de concentración de cromo



Se llevo a análisis de espectrofotometría de absorción atómica, se utilizo un espectrofotómetro debido a que el cromo es de fácil procesamiento y de sencillo trato y lectura (inclusive como cromo total) en cualquier equipo de absorción atómica de buena confiabilidad [28]



Figura 13. Espectrofotómetro de Absorción Atómica • Shimadzu • AA-7000



Figura 14. Marca del Espectrofotómetro de Absorción Atómica utilizado



Se utilizó un espectrofotómetro de absorción atómica marca Shimadzu de la serie AA-7000. La serie AA-7000 ha sido especialmente diseñada para cumplir con los niveles más altos de exigencia. El sistema óptico automáticamente intercambia entre el modo de doble haz para análisis por llama y el modo simple haz de alto rendimiento para análisis por horno. De este modo, el instrumento alcanza un rendimiento óptimo para ambos métodos de medición [29].

## 6 DESARROLLO DEL PROYECTO

### 6.1.1 Medición de la capacidad adsorbente. Isotermas de adsorción.

Tras haber realizado la titulación de la disolución de ácido acético y magnetita se reporto el siguiente gasto de NaOH:

Erlenmeyer	Concentración de Acido Acético Mol/L	NaOH Gastado ml (1 ensayo)	NaOH Gastado ml (2 ensayo)
1	0,43	63,3	62,9
2	0,22	35,6	35,4
3	0,1	20,7	20,5
4	0,065	9,6	9,8
5	0,035	5,5	---
6	0,017	1,8	1,5

Tabla 3. NaOH gastado

Teniendo en cuenta los datos anteriores se calculo la concentración de ácido acético en equilibrio con la siguiente fórmula:

$$C = \frac{NaOH\ gastado\ (ml) * [NaOH]}{Solucion\ titulada\ (ml)}$$

Donde la solución titulada es igual a 20 ml.

Erlenmeyer	Concentración de Acido Acético en Equilibrio Mol/L
1	0,35
2	0,19
3	0,11
4	0,053
5	0,03
6	0,009

Tabla 4. Concentración de ácido acético en equilibrio C

Calculada la concentración en equilibrio del ácido, se calculo las moles adsorbidas por gramo con la siguiente fórmula:

$$N = ([CH_3COOH] - C) * L \text{ de solución}$$

Los litros de solución son iguales a 0,05 L para todos los ensayos.

Se hizo el cociente de la concentración de ácido acético en equilibrio sobre las moles adsorbidas y se reporto.

Erlenmeyer	Moles adsorbidos por gramo	Concentración/Moles adsorbidas
1	0,002	173,7
2	0,00099	197,7
3	0,00079	144,3
4	0,00056	95,6
5	0,00021	145,8
6	0,00035	26,2

Tabla 5. Reporte del cálculo de Moles adsorbidas "Nm" y el cociente entre C y Nm

Se grafico en Microsoft Excel el numero de moles adsorción contra la concentración de ácido acético en equilibrio, y se hizo una regresión utilizando el mismo programa (figura 9).

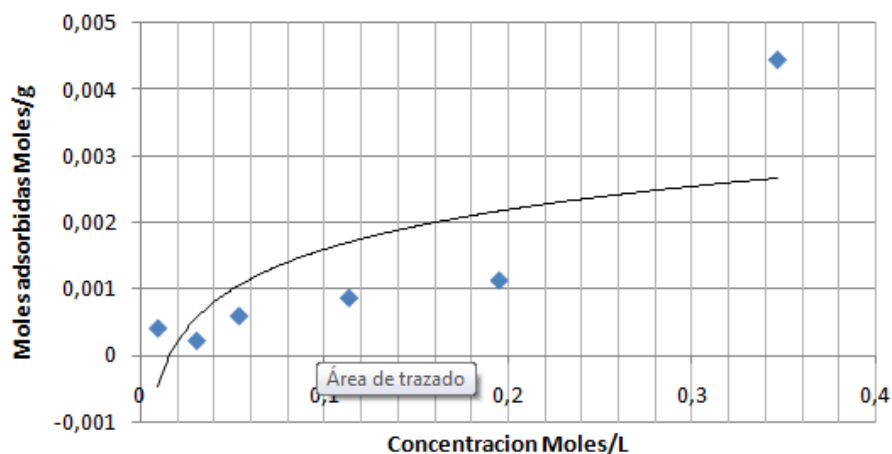


Figura 15. Número de moles adsorbidos por gramo de carbón Vs concentración de ácido en equilibrio

Se grafico con Microsoft Excel el Cociente de concentración en equilibrio y número de moles por gramo adsorbido contra la concentración en equilibrio y utilizando el mismo programa se realizo una regresión lineal (figura 10) para determinar la

ecuación de la recta y así utilizar el dato de la pendiente para calcular el número de moles adsorbidas por gramo y el área superficial del adsorbente. [20]

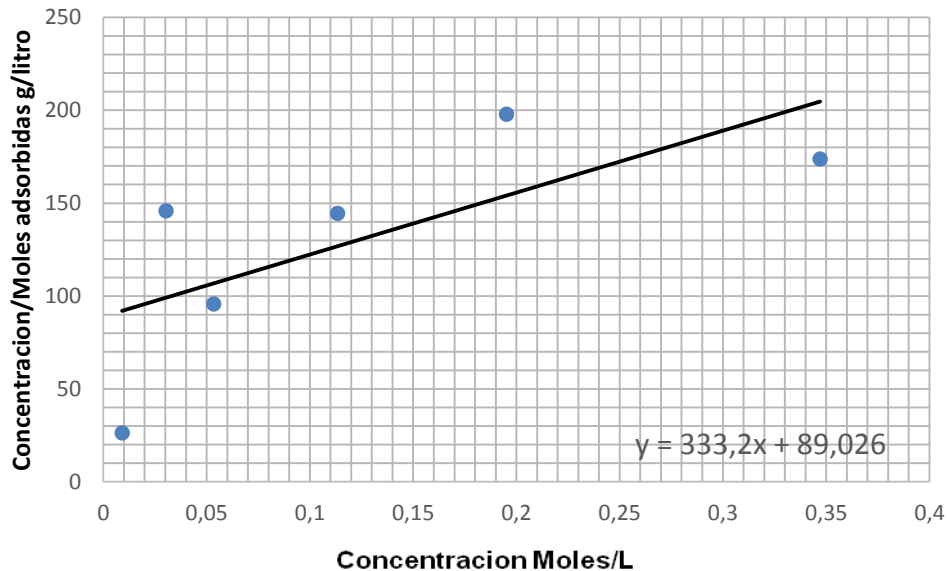


Figura 16. Cociente de concentración en equilibrio y número de moles por gramo adsorbido contra la concentración en equilibrio

$$\text{Numero de moles adsorbida por gramo} = \frac{1}{\text{Pendiente}}$$

$$\text{Numero de moles adsorbida por gramo} = \frac{1}{333,2}$$

$$\text{Numero de moles adsorbida por gramo} = 3,0012 \times 10^{-3}$$

Calcula el numero de moles adsorbidas por gramo podemos se calculo el área superficial del adsorbente con la siguiente fórmula

$$s = N_A * X * \sigma$$

$$s = 6,023 \times 10^{23} * 3,0012 \times 10^{-3} * 21 \times 10^{-20}$$

$$s = 3,29 \text{ m}^2/\text{g}$$

Donde  $b$  es el coeficiente de adsorción,  $N_A$  es el número de Avogadro,  $X$  el número de moles por gramo y  $\sigma$  es el área superficial teórica de nuestro del adsorbente [20]

### 6.1.2 Espectrofotometría de Absorción atómica

El análisis de espectrofotometría de absorción atómica, realizado en el laboratorio de control de calidad de la Universidad de Pamplona arrojó los siguientes datos:

Muestra	pH	Tiempo de Contacto (min)	Concentración De Cromo	Concentración De Cromo (Repetición)	Concentración promedio de Cromo
1	Ácido	60	540 ppm	587 ppm	564 ppm
2		40	567 ppm	573 ppm	567 ppm
3		20	571 ppm		571 ppm
4	Neutro	60	657 ppm	825 ppm	657 ppm
5		40	725 ppm		725 ppm
6		20	670 ppm	704 ppm	687 ppm
7	Básico	40	777 ppm		777 ppm

Tabla 6. Reporte de concentraciones de cromo finales.

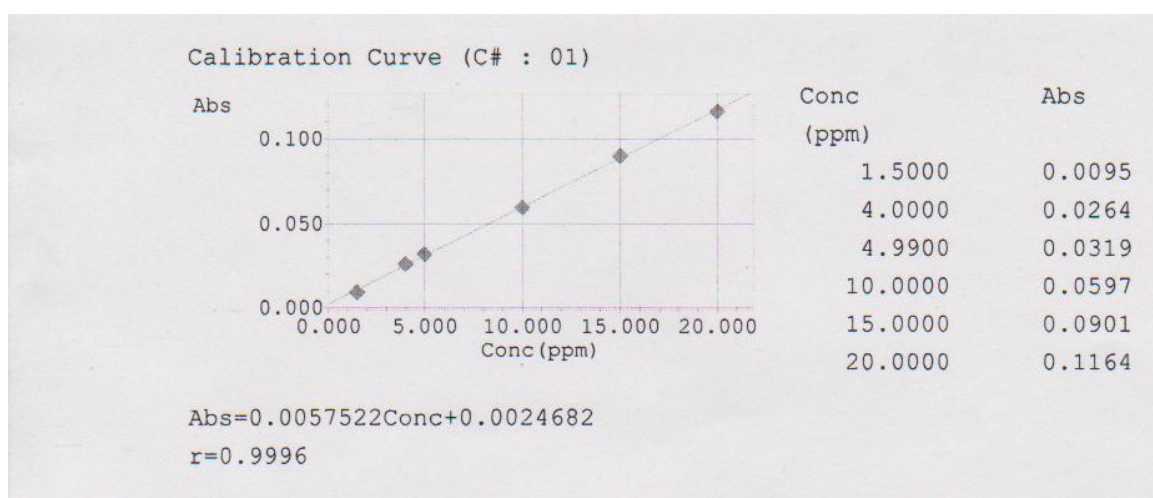


Figura 17. Recta de Calibración usada en los ensayos de adsorción

<b>Instrument Information</b>			
Device Name:		AA	
<u>Type</u>	<u>Model Name</u>	<u>ROM Version</u>	<u>S/N</u>
AA	AA-7000	1.01	A30785000465
ASC			
GFA			
<b>Optics Parameters</b>			
Element:	Cr		
Socket #:	6		
Lamp Current Low (Peak) (mA):	10		
Wavelength (nm):	429.0		
Slit Width (nm):	0.7		
Lamp Mode:	BGC-D2		

Figura 18. Parámetros usados en los ensayos de adsorción

## 6.2 ANÁLISIS DEL DESARROLLO DEL PROYECTO

El área superficial de la magnetita sintetizada es de  $379 \text{ m}^2/\text{g}$ , se esperaba fuera más pequeña, debido a que en la literatura reportaban un área superficial de magnetita sintetizada método sol- gel de  $49,5 \text{ m}^2/\text{g}$  [15], sin embargo, se cree que la diferencia de áreas se debe al método de síntesis, ya que también se reporta que por el método de precipitación el área superficial alcanza los  $70 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Dado que la magnetita precipita en pH básico los tiempos de contacto con el cromo van a ser insignificantes, ya que el metal va estar en suspensión y la magnetita en el fondo de la solución, es por esto que los niveles de concentración del cromo reportados  $777 \text{ ppm}$  son muy altos comparándolos con los demás ensayos, sin embargo se podría cambiar la agitación por una que se lleve a mas rpm y así tal vez lograr que la magnetita no se decante y su contacto con el metal pesado en este caso el cromo, sea más efectivo.

Cuando exponemos la magnetita a soluciones con concentraciones de cromo de  $836,475$  y un pH ácido de 4, los resultados fueron significativos puesto que se removió más del 30% de cromo dándole un tiempo de contacto de 60 min, este resultado era de esperarse puesto que la literatura reportan continuamente que el pH ácido es el óptimo para hacer adsorción [13].

## 6.2 CRONOGRAMA

	MESES				
ACTIVIDAD	1	2	3	4	5
1	x	x	x	x	x
2		x	x		
3			x	x	
4				x	x
5					X

Figura 19. Cronograma y descripción de Actividades

Descripción de actividades: (Lista de tareas)

1. Revisión bibliográfica
2. Síntesis y caracterización de las fases absorbentes
3. Pruebas de determinación de isoterma de adsorción de los metales
4. Ensayos de remoción
5. Análisis de resultados, elaboración de documento final.

## CONCLUSIONES

Se sintetizó magnetita pura a partir de cloruro ferroso y cloruro férrico, dando como resultado un polvo fino y negro, propio de las características del óxido de hierro estudiado, lo cual marco un excelente punto de partida para ensayarla como adsorbente de metales pesados.

El área superficial de la magnetita, determinado por las isotermas de adsorción fue de  $379 \text{ m}^2 / \text{g}$ , es mayor al área que se pretendía llegar, dando lugar a nuevas investigaciones para determinar las mejores condiciones en las que la síntesis de dicho óxido de hierro pueda originar áreas superficiales menores a la reportada en este trabajo.

En pH básico  $>8$  la magnetita se precipita, permitiendo un lavado de la misma más rápido, ya que el sobrenadante es más fácil de retirar y votar, este hecho también permite que el desperdicio del óxido sea poco. Sin embargo al trabajar con dicho pH se dificultando la adsorción de cromo, sin importar el tiempo de contacto que se le dé. Caso similar sucede con pH neutro, puesto que aunque la remoción de cromo se da, sus porcentajes de adsorción son bajos, aumentando un poco a medida que el tiempo de contacto se eleva, pero estos aumentos son casi despreciables, por lo que aunque se le diera un tiempo de contacto mayor a los considerados en este trabajo, no se considera una opción viable para cumplir con objetivos de remoción de metales pesados.

El pH ácido logra que la magnetita queda suspendida en la solución, dificultando en primera medida el lavado de los iones aportados por el NaOH agregado durante la síntesis, pero convirtiéndose en el punto clave para que la adsorción de cromo sea satisfactoria, con resultados de remoción de más del 30%.

El tiempo de contacto es un parámetro que influye en pequeña escala en la remoción de cromo mediante la adsorción con magnetita, ya que depende más pH de la solución que contiene el metal pesado, por ende, es el pH el parámetro que determina si la remoción va tener o no porcentajes de remoción significativos.



## RECOMENDACIONES

Si se quiere sintetizar magnetita pura o dopada, se recomienda que mantengan una atmosfera de hierro constante, logrando así que la muestra no se oxide, es importante también que el lavado de la misma se dé en tiempos muy cortos, para que la pérdida del oxido de hierro sea poco y no cambie de fase a maghemita que suele tener un color marrón.

En caso de querer obtener remoción de cromo en porcentajes significativos, se recomienda que mantengan un pH de la solución  $<4$  y darle a la muestra un tiempo de contacto  $>60$ .

## BIBLIOGRAFÍA

[1] [Citado el 13 de junio de 2016] Disponible en: <http://www.greenpeace.org/colombia/es/campanas/contaminacion/agua/>

[2] [Citado el 13 de junio de 2016] Disponible en: <http://www.un.org/spanish/waterforlifedecade/scarcity.shtml>

[3] Negrete M, José Luis. Evaluación de la contaminación por metales pesados en la ciénaga la soledad y bahía de cispatá, cuenca del bajo sinú, departamento de córdoba. Proyecto presentado para la convocatoria interna de la Universidad de Córdoba. Universidad de Córdoba .Facultad de Ciencias Básicas. Departamento de Química. Disponible en: <[http://web.www3.unicordoba.edu.co/sites/default/files/Informe%20Final\\_FCB%2010-08%20Jos%C3%A9%20Luis%20Marrugo%20Negrete.pdf](http://web.www3.unicordoba.edu.co/sites/default/files/Informe%20Final_FCB%2010-08%20Jos%C3%A9%20Luis%20Marrugo%20Negrete.pdf)>

[4] Zafra Mejía, Carlos A; Temprano G, Javier y Tejero Monzón, Iñaki. Concentración y distribución de metales pesados (Pb, Zn, Cu, Cd y Cr) en sedimentos viarios urbanos. *Rev.fac.ing.univ. Antioquia* [online]. 2011, n.58 [citado 2016-06-12], pp.53-62. Disponible en: <[http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0120-62302011000200006&lng=es&nrm=iso](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0120-62302011000200006&lng=es&nrm=iso)>. ISSN 0120-6230.

[5] Netzahuatl M, Alma Rosa; Pineda C, Gabriela; Barragán H, Blanca E; Cristiani U, Eliseo. Remoción de cromo hexavalente y cromo total por la corteza de pyrus communis. En: Revista CENIC. Ciencias Químicas. Disponible en: <http://www.redalyc.org/pdf/1816/181620500026.pdf>

[6]Chávez Porras, Álvaro. Descripción de la nocividad del cromo proveniente de la industria curtiembre y de las posibles formas de removerlo. *Rev. Ing. univ. Medellín* [online]. 2010, vol.9, n.17, pp.41-49. Disponible en: <[http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1692-33242010000200004&lng=es&nrm=iso](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1692-33242010000200004&lng=es&nrm=iso)>. ISSN 1692-3324.

[7] Duarte R, Edison; Olivero V, Jesús; Jaramillo C, Beatriz. Remoción de cromo de aguas residuales de curtiembres usando quitosano obtenido de desechos de camarón. En: Sienta et Technica Año XV, No 42, Agosto de 2009. Universidad Tecnológica de Pereira. ISSN 0122-1701...

[8] Zapata D, Ana C. Síntesis y caracterización de magnetita pura y dopada con cerio y titanio. Tesis de grado para optar por el título de magister en ingeniería. Universidad de Antioquia. Facultad de ingeniería. Disponible en: <http://tesis.udea.edu.co/>

[9] Cañizares, Rosa O. Biosorción de metales pesados mediante el uso de biomasa microbiana. En: Revista Latinoamericana de Microbiología (2000) 42:131-143. Disponible en: <http://www.medigraphic.com/>

[10] Tejada, Candelaria, Ángel Villabona-Ortiz, Luz Garcés-Jaraba. Adsorción de metales pesados en aguas residuales usando materiales de origen biológico. En: Tecno Lógicas, ISSN 0123-7799, Vol. 18, No. 34, enero-junio de 2015, pp. 109-123. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/>

[11] Morales, Claudia Johana. Estudio para la remoción de metales pesados en los lixiviados de rellenos sanitarios. Trabajo de Grado especialización en ingeniería ambiental con énfasis en ingeniería sanitaria. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingenierías y Arquitectura.

[12] Martínez Martínez, María del Rosario. estudio y caracterización de la magnetita para su aplicación a la fertilización de suelos agrícolas. Trabajo final de carrera. Disponible en : <http://upcommons.upc.edu/handle/2099.1/20091>

[13] Humpola, Pablo D. Estudio de la adsorción de compuestos biorrefractarios en soluciones acuosas. Tesis para la obtención del Grado Académico de Doctor en Ciencias Biológicas. Universidad Nacional del Litoral. Facultad de Bioquímica y

Ciencias Biológicas. Disponible en: <http://docplayer.es/12470145-Universidad-nacional-del-litoral.html>

[14] Mazo Z, Jhon. una mirada al estudio y las aplicaciones tecnológicas y biomédicas de la magnetita. En :Revista EIA, ISSN 1794-1237 Número 16, p. 207-223. Diciembre 2011 Escuela de Ingeniería de Antioquia, Medellín (Colombia) disponible en <http://www.scielo.org.co/>

[15] PICASSO, Gino; VEGA, Jaime; UZURIAGA, Rosario y RUIZ, Gean Pieer. Preparación de nanopartículas de magnetita por los métodos sol-gel y precipitación: estudio de la composición química y estructura. *Rev. Soc. Quím. Perú* [online]. 2012, vol.78, n.3 [citado 2016-06-11], pp. 170-182 . Disponible en: <[http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1810-634X2012000300003&lng=es&nrm=iso](http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2012000300003&lng=es&nrm=iso)>. ISSN 1810-634X.

[16] Castañeda Contreras J. Fabricación de materiales amorfos y policristalinos con la ruta sol-gel. Centro Universitario de Los lagos, Universidad de Guadalajara. Disponible en : <http://www.smf.mx/boletin/2006/Bol-20-1/Articulos/sol-gel.htm>

[17] Rodríguez Páez ,JE. Rodríguez-Páez. SÍNTESIS DE POLVOS CERÁMICOS POR EL MÉTODO DE PRECIPITACIÓN. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, ISSN 0366-3175, Vol. 40, Nº 3, 2001, págs. 173-184. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es>

[18] Capdevila, Javier Garcia. Síntesis de cerámicos tecnológicos mediante métodos de combustión de geles de acrilamida. Trabajo doctora, Universidad de Barcelona, Programa Tecnología de Materiales, Barcelona, 2007. Disponible en : [http://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/36450/9/09.XGC\\_CAP7.pdf](http://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/36450/9/09.XGC_CAP7.pdf)

[19] Hernández C, Leticia E.; González H ,Diana; Legorreta G, Felipe; Bolarín M, Ana M.; Sánchez de J ,Félix J. Estudio de la síntesis y caracterización de la manganita de calcio dopada con lantano obtenida por coprecipitación. En: VIII encuentro participación de la mujer en la ciencia. Disponible en: <http://www.uaeh.edu.mx/>

[20] Corona. L, Sigüenza .A, Ubici.B, Gómez. G.E, Ortega. W. Área superficial del carbón activado usando la isoterma de adsorción de Langmuir. Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Departamento de Química, Campus Monterrey. Disponible en: [https://www.academia.edu/11644462/%C3%81rea\\_superficial\\_del\\_carb%C3%B3n\\_activado\\_usando\\_la\\_isoterma\\_de\\_adsorci%C3%B3n\\_de\\_Langmuir](https://www.academia.edu/11644462/%C3%81rea_superficial_del_carb%C3%B3n_activado_usando_la_isoterma_de_adsorci%C3%B3n_de_Langmuir)

[21]F. Prieto-García\*, S. S. Serrano-López y A. J. Gordillo-Martínez. EVALUACIÓN de sílice dopada con óxidos de hierro y pares metálicos, como absorbente de iones arseniatos en medios acuosos. Revista mexicana de ingeniería química Vol. 6, No.2 (2007) 169-174

[22] ROCHA Castro E.; PRINCIPIOS BÁSICOS DE ESPECTROSCOPÍA; Editorial UACH, México (2000), pág 123-203.

[23] Citado el 13 de Junio de 2016] Disponible en: [http://www.espectrometria.com/espectrometra\\_de\\_absorcin\\_atmica](http://www.espectrometria.com/espectrometra_de_absorcin_atmica)

[24] Franco L, Marco A. Cromo elemento químico. Trabajo de materiales de ingeniería. Fundación Universitaria los Libertadores. Ingeniería Industrial. Disponible en: <https://materialesfull.wikispaces.com/file/view/CROMO.pdf>

[25] Albert, Lilia A. Capítulo 14, Cromo. En: Sociedad Mexicana de toxicología. Disponible en: <http://www.bvsde.paho.org/bvstox/fulltext/toxico/toxico-03a14.pdf>

[26] Sunghyun Yoon. Determination of the Temperature Dependence of the Magnetic Anisotropy Constant in Magnetite Nanoparticles. En: Journal of the Korean Physical Society, Vol. 59, No. 5, November 2011, pp. 3069~3073.

[27] Rodríguez R, Miriam G. ; Martínez D ,Sergio A; Tello P ,Luis. Efecto del la cantidad de cromo hexavalente y el pH en la remoción de Cr 6+ en un reactor electroquímico de electrodos rotatorios. Disponible en: <http://www.bvsde.paho.org/bvsaidis/aresidua/mexicona/r-0086.pdf>

[28] Soto, Higinio. Potencial contaminación por cromo en el proceso de refinación del petróleo. Trabajo monográfico para optar el título profesional de ingeniero químico. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Química e Ingeniería Química. Disponible en: [http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtualdata/monografias/ingenie/jacinto\\_sh/cap8.pdf](http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtualdata/monografias/ingenie/jacinto_sh/cap8.pdf)

[29] Citado el 1 de Junio de 2016] Disponible en: <https://www.jenck.com/productos/producto/aa-7000>

[30] Morcillo, M. corrosion y protección de metales en la atmosfera de Iberoamérica. Parte 1. Mapas de Iberoamérica de corrosión atmosférica. Madrid, España. 1998, pp 320-321.

[31] Strobel, Reto;. Pratsinis, Sotiris E. Direct synthesis of maghemite, magnetite and wustite nanoparticles by flame spray pyrolysis. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921883108000289>

[32] Lin, Meng Men; Kim, Do Kyung; El Haj, Alicia J; Dobson, Jon. Development Of Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles (SPIONS) for Translation to Clinical Application. En: IEEE TRANSACTIONS ON NANOBIOSCIENCE, VOL. 7, NO. 4, DECEMBER 2008. Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/224378521\\_Development\\_of\\_Superparamagnetic\\_Iron\\_Oxide\\_Nanoparticles\\_SPIONS\\_for\\_Translation\\_to\\_Clinical\\_Applications](https://www.researchgate.net/publication/224378521_Development_of_Superparamagnetic_Iron_Oxide_Nanoparticles_SPIONS_for_Translation_to_Clinical_Applications)

## ANEXO A

### Estandarización de NaOH

Se preparo 1,5 L de NaOH 0,1N. Agregando 6 gr del soluto y aforando a 1,5L con agua destilada.

Se peso aproximadamente 0,4 gr de ftalato ácido de potasio para cada uno de los ensayos, reportando los siguientes pesos.

Numero del Ensayo	Gramos de Ftalato (gr)
1	0,4089
2	0,4019
3	0,4014
4	0,4012

Para cada ensayo se toma el ftalato acido de potasio pesado, se agrego 10 ml de agua destila y 2 gotas de fenolftaleína como indicador. En uno bureta de 50 ml, asegurada con un soporte con pinza, se agrego el NaOH 0,1N y se comenzo a dejar caer gota a gota esta solución sobre el erlenmeyer que contiene la solución de ftalato acido de potasio, hasta que viro a un color rosa pálido, en ese momento se leyó los ml de NaOH gastado, los resultados fueron los siguientes:

Numero del Ensayo	NaOH gastado (ml)
1	19
2	18,6
3	17,6
4	17,8

Se descartan los ensayos 1,2 y 3, se tomo los datos del ensayo para calcular el factor de la disolución F:

$$F = \frac{a*1000}{V*0,1*Eq}$$

a = g pesados de ftalato ácido de potasio.

Eq = peso equivalente de ftalato ácido de potasio = 204.22.

V = volumen (ml) de NaOH 0.1 N gastados en la valoración.

$$F = \frac{0,4012 * 1000}{204,22 * 0,1 * 17,8}$$

$$F = 1,103678$$

Con el factor de de la disolución se calculo la normalidad exacta:

$$N_{Exacta} = 0,1 * F$$

$$N_{Exacta} = 0,1 * 1,103678$$

$$N_{Exacta} = 0,11036$$

Después de la estandarización se concluye que la normalidad exacta del NaOH es de 0,11