

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA

ESTUDIO PRELIMINAR DE LA SÍNTESIS DE FERRITAS DE COBALTO CON POTENCIAL APLICACIÓN PARA LA OXIDACIÓN DE EFLUENTES CIANURADOS

SÍNTESIS DE FERRITAS DE COBALTO POR VÍA HIDROTERMAL CON PRECURSORES DE CLORURO DE HIERRO Y COBALTO, Y BROMURO DE CETILTRIMETILAMONIO (CTAB) COMO AGENTE DE NUCLEACIÓN Y TEXTURA

**TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR PRESENTADO COMO
REQUISITO PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERA QUÍMICA**

JOHANA CAROLINA GAIBOR LALALEO

johanna.gaibor01@epn.edu.ec

DIRECTOR: LUCIA ELIANA MANANGÓN PERUGACHI

lucia.manangon@epn.edu.ec

DMQ, febrero 2022

CERTIFICACIONES

Yo, JOHANA CAROLINA GAIBOR LALALEO declaro que el trabajo de integración curricular aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.



JOHANA CAROLINA GAIBOR LALALEO

Certifico que el presente trabajo de integración curricular fue desarrollado por JOHANA CAROLINA GAIBOR LALALEO, bajo mi supervisión.

LUCIA ELIANA MANANGÓN PERUGACHI
DIRECTOR

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

A través de la presente declaración, afirmamos que el trabajo de integración curricular aquí descrito, así como el (los) producto(s) resultante(s) del mismo, son públicos y estarán a disposición de la comunidad a través del repositorio institucional de la Escuela Politécnica Nacional; sin embargo, la titularidad de los derechos patrimoniales nos corresponde a los autores que hemos contribuido en el desarrollo del presente trabajo; observando para el efecto las disposiciones establecidas por el órgano competente en propiedad intelectual, la normativa interna y demás normas.

JOHANA CAROLINA GAIBOR LALALEO

LUCIA ELIANA MANANGÓN PERUGACHI

DEDICATORIA

A Dios, por permitirme culminar con éxito estos años de estudio, brindándome fortaleza, bienestar y salud a lo largo de mi vida, por tomar mi mano y no soltarme en momentos difíciles, ayudándome a no rendirme y tomar las mejores decisiones para cumplir todas mis metas.

A mi madre Aída, por estar junto a mi cada día de mi vida, por ser mi principal fuente de apoyo y comprensión, por ser el motor que guía mis sueños, brindándome fuerzas para seguir adelante y nunca rendirme, gracias a su paciencia, amor incondicional y cuidado hoy culmino una etapa importante en mi vida.

A mi padre Marcelo, por apoyarme durante el trayecto de mi carrera, darme ánimos y brindarme su cariño en momentos difíciles, demostrándome que soy una mujer valiente.

A mis personas especiales que se encuentran en el cielo observándome y alegrándose de cada pasito en mi vida, mis abuelitos Servando y Teresa, y al ser más especial que Dios y la vida me dio la oportunidad de cuidarlo, quererlo, mimarlo y quién me acompañó durante toda mi carrera y parte de mi vida, en momentos tristes, noches largas, alegrías y a quién extraño cada día, mi eterno compañero Lucas.

A mis personas favoritas Carolina C. y Jessica R. por brindarme su amistad durante toda mi vida, dándome su apoyo y motivándome a dar lo mejor, por estar conmigo en las buenas y las malas, en los triunfos y caídas, pero alentándome a seguir adelante.

A Santi H. quien me acompañó durante este largo camino, con quién compartí mis logros y fracasos, pero siempre motivándome a levantarme y seguir luchando por mis sueños.

A grandes personas que la universidad me dió la oportunidad de conocer y a quienes puedo considerar como amigas/os Verónica B., Elizabeth B., Namie T., Darlyn R., mi mejor amigo Jordy R., Wilmer Ch. y mis amigos del grupo NIUPI.

Carolina Gaibor

AGRADECIMIENTO

Al Departamento de Metalúrgia Extractiva de la Escuela Politécnica Nacional por haberme acogido durante el desarrollo del proyecto.

A la Ing. Eliana Manangón por su guía y apoyo a lo largo de la realización del proyecto integrador, en especial por su paciencia y gran vocación para la enseñanza.

A los ingenieros del DEMEX AniBelen Lozada, Evelyn Criollo y Kléber Collantes por su apoyo en los diferentes ensayos para el desarrollo del proyecto integrador.

Carolina Gaibor

ÍNDICE DE CONTENIDO

CERTIFICACIONES.....	I
DECLARACIÓN DE AUTORÍA.....	II
DEDICATORIA.....	III
AGRADECIMIENTO.....	IV
ÍNDICE DE CONTENIDO.....	V
RESUMEN	1
ABSTRACT.....	1
1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. METODOLOGÍA.....	2
2.1 Síntesis de ferritas de cobalto con precursores de cloruros.....	2
2.2 Caracterización de las ferritas de cobalto sintetizadas.....	3
2.3 Ensayos catalíticos de oxidación de cianuro.....	3
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	3
3.1 Influencia del agente precipitante y del valor del pH.....	3
3.2 Influencia del tiempo de reacción.....	4
3.3 Influencia de la calcinación.....	4
3.4 Influencia de la adición del surfactante CTAB.....	5
3.5 Síntesis de ferrita de cobalto en un reactor de 110 mL.....	5
3.6 Actividad catalítica de las ferritas de cobalto en la oxidación del ion cianuro.....	6
4. CONCLUSIONES.....	7
REFERENCIAS.....	7
BIOGRAFÍA.....	8
ANEXOS.....	9

Síntesis de Ferritas de Cobalto por vía Hidrotermal con precursores de Cloruro de Hierro y Cobalto, y Bromuro de Cetiltrimetilamonio (CTAB) como agente de nucleación y textura

Gaibor, Carolina¹;

¹*Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ingeniería Química, Quito, Ecuador*

Resumen: Las ferritas de cobalto se han convertido en un catalizador innovador por su alto rendimiento en procesos oxidativos, por tal motivo el presente trabajo tiene como objetivo sintetizar ferritas de cobalto por vía hidrotermal con precursores de cloruros de hierro y cobalto, y bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) para ser empleados en la remediación de efluentes cianurados. Las ferritas se sintetizaron utilizando precursores de cloruro de Fe y Co en relación molar Fe/Co de 2. Se emplearon dos agentes reguladores de pH (NH₄OH y NaOH) y se varió el pH de 9 a 12, durante tiempos de reacción hidrotermal de 18 y 24 h y temperaturas de reacción de 150 °C y 180 °C. Las partículas obtenidas fueron filtradas, lavadas y secadas. Adicionalmente, se sintetizó ferrita de cobalto con adición de CTAB en relación molar Fe/CTAB de 10:1. Las muestras fueron caracterizadas por DRX y demostraron encontrarse en estructura cúbica a condiciones de pH 12, agente precipitante NaOH, 18 h y 180°C. Al adicionar surfactante existió una leve disminución del tamaño de partícula de 18,6 a 16,6 nm. La síntesis de CoFe₂O₄ con CTAB a 150 °C ocasionó la formación incompleta de ferrita pura. Este último catalizador tiene una área superficial específica de 55 m²/g y se obtuvo una relación molar Fe/Co de 2,09 explicada por la presencia de hematita en el material sintetizado. Se alcanzó una oxidación de ion cianuro del 38% después de 8 h de agitación y aireación, con una constante de reacción de 0,054 h⁻¹ y escasa lixiviación de Co (0,07%) y Fe (0,01%), lo que confirmó la estabilidad química de la ferrita de cobalto en soluciones cianuradas.

Palabras clave: ferrita de cobalto; método hidrotermal; precursores de cloruros; CTAB, oxidación de cianuro.

Hydrothermal Synthesis of Cobalt Ferrites with Iron and Cobalt Chloride precursors and Cetyltrimethylammonium Bromide (CTAB) as nucleation and texture agent

Abstract: Cobalt ferrites have become an innovative catalyst due to their high performance in oxidative processes. In this study, cobalt ferrite was synthesized by hydrothermal method with precursors of iron and cobalt chlorides and cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) and was used as catalyst for cyanide oxidation. The cobalt ferrite samples were synthesized with CoCl₂·6H₂O and FeCl₃·6H₂O in a Fe/Co molar ratio of 2. Two precipitating agents were tested (NH₄OH at pH 10 and NaOH at pH 9 and 12). The reaction time tested were 18 and 24 h, and the reaction temperatures were 150 °C and 180 °C. The solid obtained was filtered, washed and dried. Additionally, some samples were synthesized with the addition of CTAB in a Fe/CTAB molar ratio of 10:1. The samples were characterized by XRD, demonstrating the cubic structure of the ferrite at conditions of pH 12, precipitating agent NaOH, 18 h and 180°C. The addition of CTAB caused a slight decrease in particle size from 18,6 to 16,6 nm. The synthesis of CoFe₂O₄ with CTAB at 150 °C affected the formation of pure cobalt ferrite. The specific surface area was 55 m²/g and the Fe/Co molar ratio was 2,09, which was explained by the presence of hematite in the synthesized material. With this last material, a cyanide ion oxidation of 38% was accomplished after 8 h of stirring and aeration, with a reaction constant of 0,054 h⁻¹. The material was stable in the cyanide solution since negligible leaching of Co (0,07%) and Fe (0,01%) was measured.

Keywords: cobalt ferrite; hydrothermal method; chloride precursors; CTAB; cyanide oxidation.

1. INTRODUCCIÓN

En el Ecuador a lo largo del desarrollo de la industria minera, se han generado impactos ambientales considerables en diversas zonas del país debido a descargas directas e indirectas de efluentes contaminados con metales pesados y cianuro de

la minería ilegal. Este último se puede encontrar en varias formas tales como: cianuro libre, en forma de complejos cianurados débiles y moderadamente fuertes (WAD) y complejos cianurados fuertes. Todas estas formas son consideradas como tóxicas para el medio ambiente y los seres vivos, produciendo grandes daños al medio ambiente (Adams, 1994; Kuyucak y Akcil, 2013; Campo y De la Torre, 2015).

Debido a esta problemática durante los últimos años se han planteado diversas alternativas con base en tecnologías limpias y sostenibles, centrándose en la química verde aplicada al tratamiento de efluentes contaminados con cianuro (De la Torre et al., 2018). Entre los tratamientos convencionales destacan la oxidación con ácido de caro, cloración alcalina, proceso INCO (dióxido de azufre con aire en presencia de catalizadores de cobre), tratamientos biológicos, oxidación con peróxido de hidrógeno, adsorción con carbón activado a base de biomasa (Campo y De la Torre, 2015; De la Torre et al., 2018). Uno de los materiales que llama la atención por su uso como catalizador en la remediación de diferentes contaminantes son las ferritas de metales de transición, específicamente la ferrita de cobalto (De la Torre et al., 2018; Mishra et al., 2020).

Las ferritas son materiales de naturaleza ferromagnética los cuales presentan magnetismo por debajo de la temperatura de Curie. La composición de las ferritas consta de óxido de hierro (Fe_2O_3) y óxidos metálicos en pequeñas cantidades (MO) de iones metálicos divalentes como Ni, Cu, Mn, Co y Al (Tolani et al., 2019). Debido a sus propiedades magnéticas, eléctricas y ópticas presentan diversos usos a nivel industrial. Recientes estudios han empleado estos materiales como catalizadores debido a su alto rendimiento en reacciones de síntesis y procesos oxidativos (Gerbaldo et al., 2019). La ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) es un material de estructura de tipo espinela que presenta estabilidad físico-química, alta coercitividad, gran dureza mecánica, anisotropía magnética y moderada magnetización de saturación (Ji et al., 2004; Mishra et al., 2020).

Otras aplicaciones donde se emplean polvos ultrafinos de ferritas de cobalto son la elaboración de núcleos de transformadores, de varillas de antena, de cabezales de grabación, como ferrofluidos, entre otros (Ji et al., 2004). Además, la ferrita de cobalto se encuentra en equipos de resonancia magnética imagenología, baterías de litio, y sensores de gas (Mishra et al., 2020).

Entre algunos procesos empleados para la obtención de las ferritas de cobalto destacan métodos como: coprecipitación, combustión, mecánicos, micro emulsión, hidrotermal e hidrotermal asistido por ultrasonido, entre otros (Mishra et al., 2020). Durante la síntesis de ferritas se presentan diversos inconvenientes relacionados al uso de temperaturas elevadas, como lo cita Prieto García et al. (2002), estos valores se encuentran en el rango de 1 000 °C a 1 400 °C, además se requieren tiempos de reacción superiores a 12 horas y atmósferas controladas de oxígeno o nitrógenos puros. Estas condiciones experimentales influyen sobre las características deseadas como: pureza, tamaño de partícula, composición homogénea, entre otras.

El método hidrotermal es uno de los procesos más empleados debido a que permite controlar la composición de la ferrita y la temperatura de síntesis se mantiene en rangos moderados en comparación con otros métodos, convirtiéndolo en un proceso sencillo de síntesis (Ji et al., 2004). En estudios realizados por Zhang et al. (2011) se empleó el método hidrotermal con precursores de cloruros para mejorar la cristalización y tamaño

de partícula de la ferrita de cobalto. En esta investigación se obtuvo nanopartículas de ferritas de cobalto con tamaños entre 13 a 19 nm empleando el método hidrotermal a una temperatura de 200 °C durante 40 h. Adicionalmente, Mishra et al. (2020) sintetizó nanopartículas de ferritas de cobalto empleando el método hidrotermal con precursores de cloruros para evaluar su eficiencia en procesos de adsorción de colorantes orgánicos.

Por otro lado, Das et al. (2020) adicionó el surfactante bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) en la síntesis de la ferrita de cobalto para evaluar la influencia del agente de nucleación y textura en el tamaño de partícula, morfología, propiedades ópticas, dieléctricas y magnéticas de las nanopartículas de ferritas. Ji et al. (2004) obtuvieron nanopartículas de ferrita de cobalto de 25 nm de diámetro y de hasta 120 nm de longitud mediante síntesis hidrotermal a 130 °C durante 15 h utilizando cloruros como precursores y con la adición del agente surfactante CTAB.

En esta investigación se propone la síntesis de ferritas de cobalto empleando el método hidrotermal con precursores de cloruro de hierro y cobalto, y bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) como agente de nucleación y textura, para su potencial aplicación en la oxidación catalítica de cianuro de soluciones sintéticas.

2. METODOLOGÍA

2.1 Síntesis de ferrita de cobalto con precursores de cloruros

Para la síntesis de ferrita de cobalto se preparó una solución acuosa de 50 mL mezclando 3,97 g de cloruro de cobalto (II) hexahidratado ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Merck, 99%) y 9,01 g de cloruro de hierro (III) hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Loba Chemie, 99%) como reactivos precursores, en relación molar Fe/Co de 2 y disueltos en agua desionizada. Esta mezcla se agitó vigorosamente en un equipo de agitación magnética durante 15 minutos para homogenizar la solución. Se tomaron 15 mL de la solución acuosa y se añadieron aproximadamente 15 mL del agente precipitante de forma lenta y bajo agitación constante. Se probaron dos agentes precipitantes y reguladores de pH, siendo estos: una solución 30% w/w de hidróxido de amonio (NH_4OH , Merck, $\geq 99\%$) y una solución 2 M de hidróxido de sodio (NaOH , Merck, $\geq 99\%$). En este estudio también se analizaron las variables pH y tiempo de reacción; los valores de pH que se probaron son: 9, 10 y 12, mientras que los tiempos de reacción fueron: 18 h y 24 h.

A continuación, la solución resultante se colocó en autoclaves de 23 mL, donde se agregaron dos tercios del volumen total de la solución cuyo pH fue regulado previamente. Las autoclaves se introdujeron en una estufa marca CARBOLITE GER para alcanzar la temperatura de reacción de 180 °C. Al finalizar el periodo de reacción, las partículas obtenidas fueron recuperadas con un sistema de filtración y una bomba de vacío marca ROCKER 410. A continuación, se lavaron con agua desionizada y etanol. La muestra resultante se secó en una estufa marca MIRA HEATING CO a condiciones de 110°C durante 3 h. La muestra se calcinó en una mufla marca

COMECTA a 500°C durante 4 h para eliminar cualquier residuo del material orgánico presente en la ferrita de cobalto.

Para la síntesis de ferritas con la adición del surfactante catiónico CTAB (bromuro de cetiltrimetilamonio) se preparó una solución acuosa de 50 mL del surfactante catiónico CTAB (Sigma-Aldrich, $\geq 98\%$) preparado a 0,1 M con agua desionizada y agitación constante durante 30 min. La relación molar entre los precursores Fe/CTAB fue 10:1. Se reguló el pH a un valor de 12 con una solución 2 M de hidróxido de sodio (NaOH, Merck, $\geq 99\%$) y la síntesis se llevó a cabo a una temperatura de 180 °C durante 18 h. Las partículas obtenidas fueron filtradas y lavadas con agua desionizada y etanol. La muestra resultante se secó en una mufla a condiciones de 110 °C durante 3 h. Debido a la adición del CTAB la muestra fue calcinada a 350 °C durante 2 h. La finalidad de agregar el surfactante radicó en observar su influencia sobre el tamaño de partícula, cristalinidad y textura de la ferrita de cobalto sintetizada.

Debido a la necesidad de obtener mayor cantidad de ferrita sintetizada para los ensayos catalíticos, se empleó un autoclave de mayor volumen (110 mL) donde se agregaron 73 mL de la solución con los precursores, surfactante y agente regulador de pH. A diferencia de los ensayos anteriores, la temperatura de reacción fue de 150 °C debido a la temperatura máxima de trabajo recomendada para la autoclave.

2.2 Caracterización de las ferritas de cobalto sintetizadas

Se caracterizó la ferrita de cobalto mediante la técnica de Difracción de Rayos X usando el difractómetro Bruker AXS D8 Advance (Bruker, Karlsruhe, Alemania) con una fuente de radiación de Cu-K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). El tamaño de partícula se determinó mediante la ecuación de Scherrer (1) propuesta en el estudio de Allaedini et al. (2015).

Ecuación de Scherrer

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos\theta} \quad (1)$$

Donde:

D= Diámetro de partícula (nm)

k= Constante de Scherrer de valor 0,89

$\lambda = 0,15406$ (nm)

β = Ancho completo en la mitad del pico máximo (rad)

θ = Ángulo de difracción

Las propiedades texturales de las ferritas sintetizadas se midieron mediante el análisis de fisisorción de nitrógeno empleando un equipo modelo Quantachrome Instruments Nova4200e. Antes del análisis las muestras fueron desgasificadas toda la noche a una temperatura de 150 °C, mientras que la temperatura del análisis fue de 77 K. Se analizaron las isotermas de fisisorción de nitrógeno con el modelo BET con la finalidad de determinar el área superficial específica. El contenido de Co y Fe en las ferritas de cobalto se analizó por absorción atómica, empleando un espectrofotómetro modelo Perkin Elmer Analyst 300, para lo cual se realizó una disgregación ácida de las muestras.

2.3 Ensayos catalíticos de oxidación de cianuro.

Se preparó una solución sintética de cianuro de sodio (NaCN) de concentración 500 mg/L, la cual se asemeja a la concentración de un efluente cianurado de la industria minera. Se realizó un ensayo de oxidación del ion cianuro empleando como catalizador 500 mg de la ferrita de cobalto en 500 mL de solución. Durante el ensayo, se mantuvieron constantes la agitación a 500 rpm, aireación de 1,5 L/min a condiciones normales y el pH de 10,5. La concentración remanente de cianuro se determinó mediante titulación con AgNO_3 de alícuotas tomadas cada hora durante 8 horas y empleando KI al 10% como agente indicador. Finalmente se evaluó la lixiviación de hierro y cobalto al finalizar el ensayo de oxidación catalítica, para esto se analizaron las concentraciones iniciales y finales de estos metales en la solución cianurada mediante absorción atómica.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Influencia del agente precipitante y del valor del pH.

Se sintetizó ferrita de cobalto mediante la metodología descrita en el numeral 2.1. Inicialmente, se compararon los agentes precipitantes y reguladores de pH, hidróxido de amonio e hidróxido de sodio. En este estudio al emplear hidróxido de amonio como agente regulador de pH hasta alcanzar un pH de 10, se observó la formación de un precipitado color marrón y azulado correspondiente a la formación del óxido de hierro y óxido de cobalto, como se puede observar en la Figura A1 en la sección de anexos. Estos resultados concuerdan con los trabajos de Castaño y Arroyavev (1998) y Llusar et al. (2001), quienes también probaron una solución de NH_4OH como agente precipitante. Mishra et al. (2020) indicaron que, al completar el tiempo de reacción, se tiene que obtener como producto un precipitado negro característico de la obtención de ferrita de cobalto. Además, Ji et al. (2004) ratificaron que el precipitado debe presentar una coloración negra antes del lavado.

El difractograma de esta muestra (FC_ NH_4OH pH10), que se presenta en la Figura 1, evidencia la formación de picos atípicos entre los rangos 30-35, 40-50 y 50-55 de la escala de ángulo 2- θ debido la formación de óxidos de Fe y Co. Zhao et al. (2008) también detectaron picos atípicos y verificaron que los picos adicionales corresponden al óxido de cobalto y óxido de hierro según comparación con los patrones de referencia JCPDS #150806 y JCPDS #060696 respectivamente. Sin embargo, no se ha podido atribuir la causa de la formación de los óxidos ya que se esperaría que el uso de una base fuerte como agente precipitante, en este caso KOH, evite la formación de fases secundarias.

A continuación, se probó el hidróxido de sodio como agente precipitante, ya que según bibliografía este reactivo también puede ser empleado para la síntesis de nanopartículas de ferritas de cobalto con métodos hidrotermales con precursores de nitratos, cloruros y acetatos (Hammiche-Bellal et al., 2013; Kennaz et al., 2018). Como se presenta en la Figura A2 en la sección de anexos, al emplear NaOH como agente precipitante a pH 12 se observó que el precipitado es negro de acuerdo con

lo expuesto en bibliografía. Según Gurgel et al. (2019) el hidróxido de amonio es una base débil que presenta baja disociación de OH^- lo que inhibe la formación de las partículas de ferritas. Por el contrario, que el hidróxido de sodio al ser considerada como una base fuerte permite una mejor formación de las ferritas.

La Figura 1 también muestra los difractogramas de CoFe_2O_4 sintetizada con NaOH como agente precipitante y a valores de pH 9 y 12 (FC_NaOH_pH9 y FC_NaOH_pH12). Estos difractogramas presentan los picos 111, 220, 311, 400, 422, 511 y 440 que corresponden a la estructura cúbica cristalina de la ferrita de cobalto según el patrón de referencia JCPDS PDF #221086 (Hammiche-Bellal et al., 2013).

El difractograma de la muestra FC_NaOH_pH9 concuerda con el patrón de referencia; sin embargo, se observa la presencia de picos más anchos y de menor tamaño según la relación ancho del pico a media altura (FWHM) con la intensidad del pico, mostrando la formación incompleta de la estructura cúbica de la ferrita de cobalto. El difractograma de la muestra FC_NaOH_pH12 concuerda con el patrón de referencia observando picos de mayor intensidad y más definidos, según la relación FWHM con la intensidad del pico en comparación con la muestra FC_NaOH_pH9. De tal manera, que las mejores condiciones de síntesis de ferrita de cobalto en función del difractograma con picos mejor definidos son a pH 12 y empleando NaOH como agente precipitante.

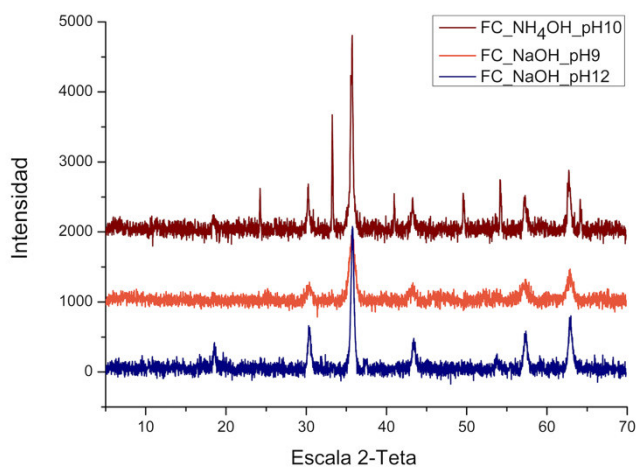


Figura 1. Difractogramas de las ferritas de cobalto sintetizadas a 180 °C por vía hidrotermal a valores de pH 10, 9 y 12 (FC_NH₄OH_pH10, FC_NaOH_pH9 y FC_NaOH_pH12) durante 18 h.

3.2 Influencia del tiempo de reacción

En la Figura 2 se muestran dos difractogramas de muestras obtenidas bajo las mismas condiciones de temperatura, 180 °C y valor de pH 12, pero variando el tiempo de reacción. En el difractograma de la muestra FC_pH12_18h, se observan picos de mayor intensidad y más definidos en comparación con la muestra FC_pH12_24h que presenta picos más anchos, según la relación FWHM con la intensidad del pico. Hammiche-Bellal et al. (2013) menciona que el incremento de la intensidad en los picos en el difractograma denota un aumento en la cristalinidad de la ferrita. De tal manera, que el tiempo de

reacción idóneo para la formación de ferritas con mejores características cristalinas es a 18 h de reacción a condiciones de pH 12 y temperatura de reacción de 180 °C.

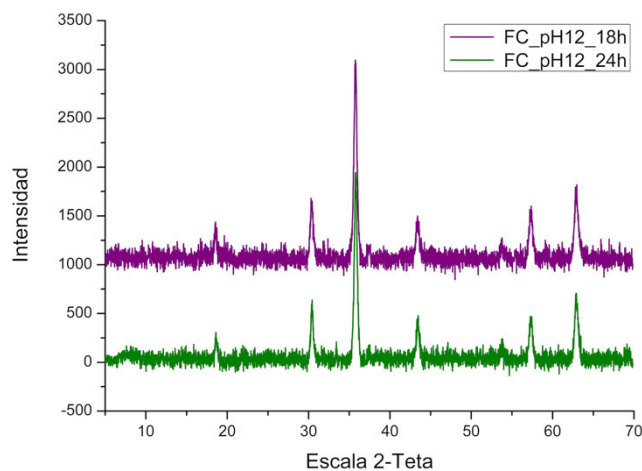


Figura 2. Difractogramas de las ferritas de cobalto sintetizadas durante 18 h y 24 h (FC_pH12_18h y FC_pH12_24h) a 180 °C por vía hidrotermal.

3.3 Influencia de la calcinación

Otro parámetro que se analizó dentro de este estudio fue la influencia de la calcinación de algunas muestras, ya que según bibliografía, la calcinación puede mejorar la cristalinidad de las ferritas de cobalto y además ayuda a eliminar restos de los precursores y compuestos orgánicos (Kennaz et al., 2018).

En la Figura 3 se observan los difractogramas de dos muestras sintetizadas bajo las mismas condiciones de temperatura, 180 °C y pH 12, pero la primera muestra no fue calcinada. Los picos de estas muestras coinciden con los del patrón de referencia; sin embargo, en la muestra FCC_pH12_18h existe un aumento en la intensidad de los picos en comparación con la muestra no calcinada FC_pH12_18h. Este resultado se atribuyó al efecto positivo de la calcinación sobre la cristalinidad de la ferrita de cobalto. En efecto, según Hammiche-Bellal et al. (2013), este incremento en la intensidad de los picos se debe a una mejor cristalización de la ferrita. Sin embargo, se debe analizar otros factores como tamaño de partícula y área superficial específica para aseverar que la calcinación provocaría un beneficio sustancial en las ferritas.

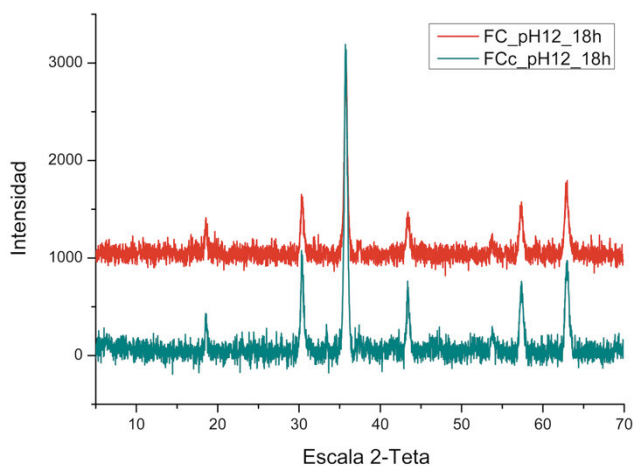


Figura 3. Diffractogramas de las ferritas de cobalto sintetizadas durante 18 h a 180 °C por vía hidrotermal sin calcinación y calcinadas (FC_pH12_18h y FCc_pH12_18h). Nota: La letra c denota la muestra de ferrita que fue calcinada.

3.4 Influencia de la adición del surfactante CTAB

En la Figura 4 se presentan los difractogramas de la muestra sin adición de CTAB y dos muestras de ferritas empleando CTAB como agente de nucleación y textura. Los difractogramas de las muestras de ferrita de cobalto sintetizadas con CTAB coinciden con el patrón referencia, mencionado en la sección 3.1, confirmando la formación de la estructura cúbica cristalina de la ferrita de cobalto. Aparentemente, la adición del surfactante CTAB no modifica la estructura cristalina de las ferritas.

Se observa que el difractograma de la muestra FCc_pH12_180°C es más definido en comparación con la muestra FCsc_pH12_180°C, según la relación FWHM con la intensidad del pico y el tamaño de partícula calculado con la ecuación de Scherrer fue 18,6 nm. La muestra FCsc_pH12_180°C presenta un difractograma menos definido reflejándose en un aumento en el ancho del pico y en la disminución del tamaño de partícula (16,6 nm). De tal manera, que la adición del surfactante provocó un cambio ligero en el tamaño de partícula. Lopes-Moriyama et al. (2014) mostraron resultados similares donde afirman que la ferrita de cobalto sintetizada con CTAB presenta una reducción en el tamaño promedio de los cristalitas.

Según bibliografía, la adición del CTAB permite la reducción de la aglomeración de las partículas provocando una disminución de las interacciones entre las partículas magnéticas y además controla el proceso de nucleación y crecimiento de las partículas, por lo tanto, tiene una influencia significativa en el tamaño de las nanopartículas (Amaliya et al., 2016; Vadivel et al., 2016).

Amirthavalli et al. (2018) analizaron el efecto de las condiciones de síntesis sobre el tamaño de partícula, morfología, propiedades magnéticas, entre otros. Estos investigadores aseveran que la función del CTAB es inhibir la aglomeración de las partículas formadas durante la síntesis, actuando como un agente de protección. Mientras que, para el caso del tamaño de partícula, el

CTAB actúa como controlador de crecimiento debido a que la reacción tiene lugar dentro de un espacio confinado denominado micela.

En esta sección también se estudió el efecto de disminuir la temperatura de reacción a 150°C, para lo que se conservaron las condiciones óptimas de agente precipitante, pH y tiempo de reacción. En el difractograma de la muestra FCsc_pH12_150°C se observa una fase de hierro debido a la presencia de hematita en la muestra de ferrita de cobalto, denotando que a la condición de temperatura de reacción de 150 °C no se obtiene una formación completa de ferrita pura sino también de la presencia de otros óxidos.

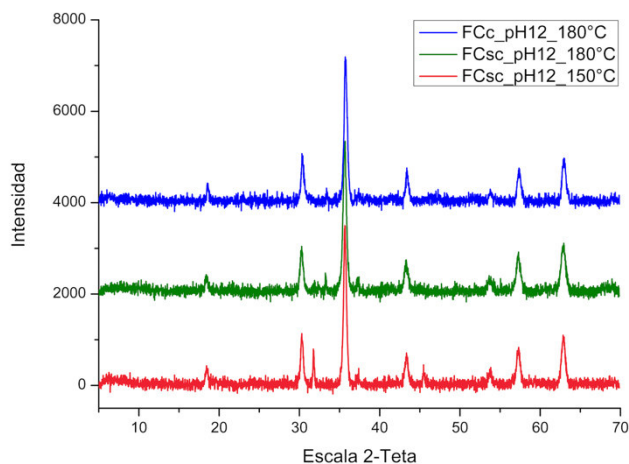


Figura 4. Diffractogramas de las ferritas de cobalto sintetizadas a pH 12 durante 18 h sin surfactante y con adición del surfactante (FCc_pH12_180°C y FCsc_pH12_180°C, FCsc_pH12_150°C) sintetizadas por vía hidrotermal. Nota: La letra s denota la muestra de ferrita adicionando el surfactante CTAB.

3.5 Síntesis de ferrita de cobalto en un reactor de 110 mL.

En la Figura 5 se observa el difractograma de la ferrita de cobalto con adición del surfactante CTAB, Fsc_pH12_150°C (110 mL) durante un tiempo de reacción de 18 h. Los picos del difractograma coinciden con el patrón referencia, mencionado en la sección 3.1, confirmando la formación de la estructura cúbica cristalina de la ferrita de cobalto. Sin embargo, se observa un pico atípico en el rango de 30-35, debido a la hematita presente.

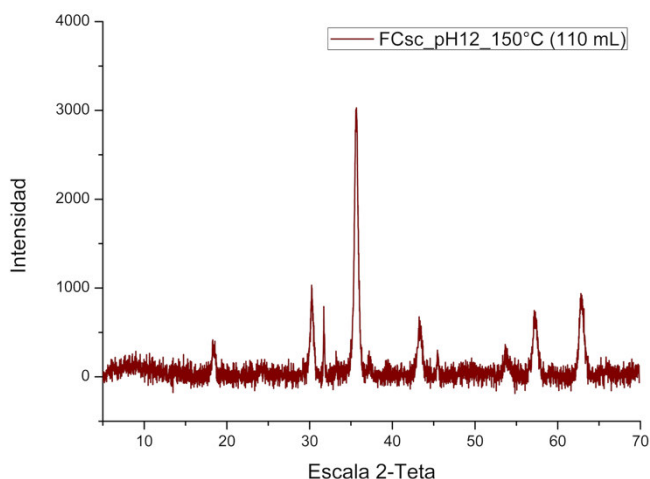


Figura 5. Difractograma de la ferrita de cobalto con adición del surfactante CTAB sintetizada a pH12, temperatura de 150°C durante 18 h y calcinación de 350 °C (FCsc_pH12_150°C, 110 mL) por vía hidrotermal.

Se analizó la muestra de ferrita de cobalto con adición de CTAB (FCs_pH12_150°C, 110 mL) sintetizada en un reactor de mayor volumen. En la Figura 6 se observa una pérdida de peso (TGA) en multietapa, donde no se observan zonas estables hasta una temperatura superior a 350 °C aproximadamente; a partir de la cual el porcentaje de pérdida de peso se mantiene ligeramente constante hasta los 900°C. La curva TGA indica tres zonas de pérdida de peso con 0,45%, 1,05% y 1,1% correspondiente a los rangos de temperatura de 50-100 °C, 175-250 °C y 300-350 °C, respectivamente. Según Shyamaldas et al. (2020) la primera pérdida de peso puede ser atribuida a la eliminación de moléculas de agua absorbidas del ambiente. La segunda pérdida de peso se debe a la eliminación del agente precipitante (NaOH) y de algún compuesto orgánico presente. La tercera pérdida de peso se da por la oxidación de restos de materia orgánica y la descomposición de la sal orgánica. Se observa que a una temperatura por encima de los 350 °C ya no existe pérdida de peso, debido a que se removió sustancialmente todo el surfactante CTAB de la muestra.

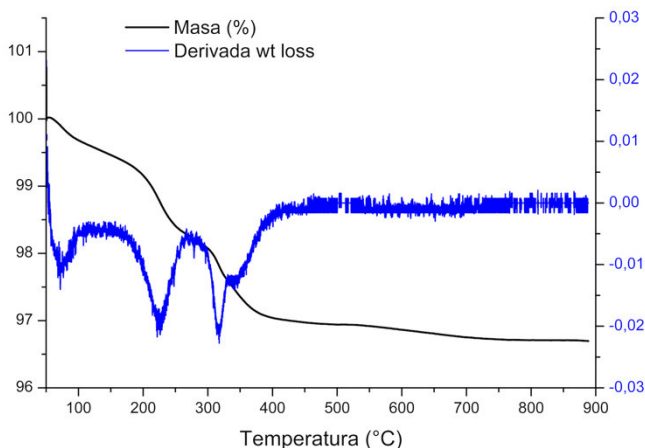


Figura 6. Curva TGA de la muestra de ferrita de cobalto con adición del surfactante CTAB a pH 12, temperatura 150 °C, tiempo de reacción 18 h y calcinación 350 °C (110 mL) por vía hidrotermal.

Las propiedades texturales de las ferritas sintetizadas se midieron mediante el análisis de fisorción de nitrógeno. Las isothermas se analizaron con el modelo de Brunauer Emmett

Teller (BET) con el cual se obtuvo un área superficial específica de 55 m²/g de ferrita de cobalto con adición del surfactante CTAB a condiciones de pH 12, temperatura de reacción de 150 °C durante 18 h de reacción y calcinación a 350 °C.

En la Figura 7 se observan las isothermas de adsorción y desorción de la muestra de ferrita con CTAB. La isoterma de adsorción presenta un punto de inflexión en la región de p/p_0 menor a 0,1 seguido por un incremento pronunciado de la cantidad adsorbida. Según bibliografía, el tipo de isoterma corresponde al Tipo IV e histéresis tipo H2, denotando que la muestra analizada corresponde a un material mesoporoso con tamaños en el rango de 2 a 50 nm (López, 2004). Los rasgos característicos de este tipo de isoterma son su bucle de histéresis, el cual está asociado con la condensación capilar que tiene lugar en los mesoporos, y la captación limitante en un rango de alto p/p_0 (Sing, 1982).

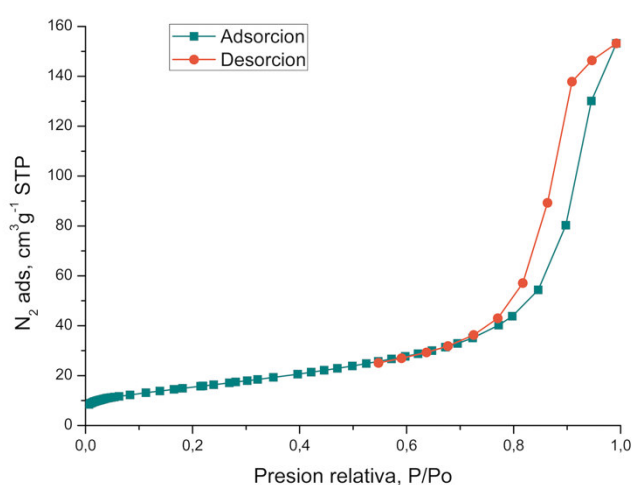


Figura 7. Isotherma de adsorción y desorción de la muestra de ferrita de cobalto con adición del surfactante CTAB a pH 12, temperatura 150 °C, tiempo de reacción 18 h y calcinación 350 °C (110 mL) por vía hidrotermal.

Los resultados del análisis químico de esta muestra permitieron calcular la relación molar de Fe/Co, la cual fue de 2,09, este valor es superior a 2 debido a un exceso de hierro procedente de la hematita presente en la muestra. El ejemplo de cálculo se presenta en la sección de anexos.

3.6 Actividad catalítica de las ferritas de cobalto en la oxidación del ion cianuro

En la Figura 8 se observa la gráfica de la concentración del ion cianuro en una solución sintética empleando como catalizador ferrita de cobalto con adición de CTAB (FCsc_pH12_150°C, 110 mL), la cual va disminuyendo en función del tiempo; de tal manera que la concentración al inicio tiene un valor de 278 mg/L mientras que al cabo de 8 h la concentración final es de 172 mg/L.

La gráfica del blanco de reacción denota una disminución paulatina de la concentración de ion cianuro respecto al tiempo, debido a la oxidación del ion cianuro gracias al oxígeno disuelto presente en la solución, llegando hasta un porcentaje máximo de oxidación del 10% al cabo de 8 h. Mientras que al emplear el catalizador (ferrita de cobalto) en

la solución el porcentaje de oxidación del ion cianuro tiene un valor máximo de 38% al cabo de 8 h, como se puede observar en la Figura A3 en la sección anexos.

En estudios realizados por De la Torre et al. (2018), el porcentaje máximo de oxidación del ion cianuro empleando ferritas de cobalto es de 76%. Sin embargo, este estudio empleó nitratos como precursores mediante el método de precipitación y carbón activado como soporte de las ferritas; sin embargo, los resultados obtenidos de la muestra FCsc_pH12_150°C (110 mL) representan una oxidación del 50% en comparación con bibliografía sin la adición de compósito.

La constante de reacción del catalizador asumiendo una reacción de primer orden tiene un valor de $0,054 \text{ h}^{-1}$, mientras que el blanco de reacción tiene un valor de $0,016 \text{ h}^{-1}$; demostrando que, al emplear ferrita de cobalto como catalizador, esta acelera la reacción de oxidación.

Después de 8 h de oxidación de cianuro, se observa una lixiviación escasa de cobalto y hierro correspondientes a 0,07% y 0,01%, respectivamente. Estos valores demuestran que prácticamente la ferrita de cobalto no se lixivía.

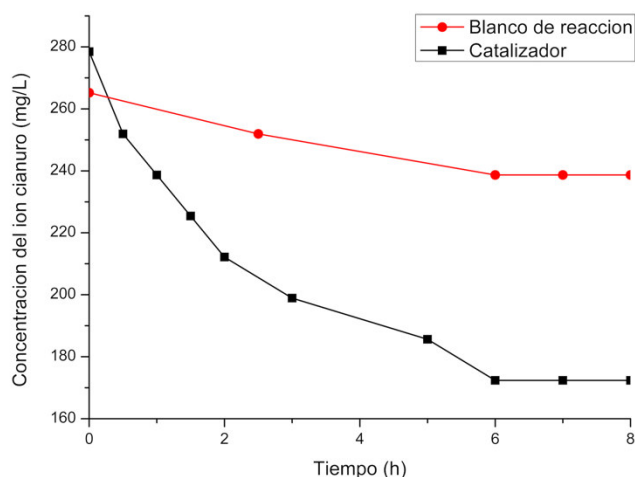


Figura 8. Representación de la concentración del ion cianuro en una solución sintética empleando como catalizador ferrita de cobalto con CTAB sintetizada a pH 12, temperatura 150 °C, tiempo de reacción 18 h y calcinación 350 °C (110 mL) y del blanco de reacción en función del tiempo.

4. CONCLUSIONES

Se logró sintetizar con éxito ferritas de cobalto con precursores de cloruros de hierro y cobalto empleando el método hidrotermal. Los resultados del DRX confirmaron la formación de estas ferritas, observando la estructura de espinela cúbica a condiciones de pH 12, NaOH como agente precipitante, 18 h de reacción, temperatura de 180°C y calcinación.

La adición del surfactante CTAB a la síntesis de ferrita de cobalto con cloruros a condiciones de temperatura de 180 °C ocasionó una leve disminución en el tamaño de partícula (16,6 nm) en comparación con la muestra sin surfactante que presentó un difractograma mejor definido con un tamaño de 18,6 nm. El difractograma de la ferrita con surfactante a una

temperatura de 150 °C mostró la formación adicional de hematita evitando la formación completa de ferrita pura.

El DRX de la muestra ferrita de cobalto con adición del surfactante CTAB a condiciones de pH 12 durante un tiempo de reacción de 18 h, temperatura de 150°C y calcinación a 350°C sintetizada en un reactor de mayor volumen (110 mL) confirmó la formación de la estructura cúbica cristalina de la ferrita, pero se observó la formación de hematita. El área superficial específica de la muestra corresponde a un valor de $55 \text{ m}^2/\text{g}$. La relación molar de Fe/Co es 2,09 debido a un excedente de hierro provocado por la hematita presente en la ferrita.

Los ensayos catalíticos demostraron la capacidad de oxidación de ion de cianuro al emplear ferrita de cobalto sintetizada con CTAB alcanzando una oxidación máxima del 38% después de 8 h a condiciones de agitación y aireación. La constante de reacción del catalizador fue $0,054 \text{ h}^{-1}$ demostrando que la ferrita sintetizada acelera la reacción de oxidación. Se observó una lixiviación prácticamente nula de la ferrita de cobalto con valores de 0,07% Co y 0,01% Fe.

Estos resultados demuestran que las ferritas de cobalto pueden ser empleadas como una alternativa innovadora para el tratamiento de efluentes contaminados con cianuro.

REFERENCIAS

- Adams, M. D. (1994). Removal of cyanide from solution using activated carbon. *Minerals Engineering*, 7(9), 1165–1177. [https://doi.org/10.1016/0892-6875\(94\)90004-3](https://doi.org/10.1016/0892-6875(94)90004-3)
- Allaenedi, G., Tasirin, S. M., y Aminayi, P. (2015). Magnetic properties of cobalt ferrite synthesized by hydrothermal method. *International Nano Letters*, 5(4), 183–186. <https://doi.org/10.1007/s40089-015-0153-8>
- Amaliya, A. P., Anand, S., y Pauline, S. (2016). CTAB Assisted Synthesis of Cobalt Ferrite Nanoparticles and Its Characterizations. *Journal of Nanoscience and Technology*, 2(4), 186–188. www.jacsdirectory.com/jnst
- Amirthavalli, C., Thomas, J. M., Nagaraj, K., y A.A.M., P. (2018). Facile room temperature CTAB-assisted synthesis of mesoporous nanocobalt ferrites for enhanced magnetic behaviour. *Materials Research Bulletin*, 100, 289–294. <https://doi.org/10.1016/J.MATERRESBULL.2017.12.026>
- Campo, C. L., y de la Torre, E. (2015). Estudio de la detoxificación de efluentes cianurados por oxidación con dióxido de azufre, aire y catalizadores de cobre. *Revista Politécnica* 36 (2), 49–58. https://revistapolitecnica.epn.edu.ec/ojs2/index.php/revista_politecnica2/article/view/578
- Castaño, J. G., y Arroyave, C. (1998). La funcionalidad de los óxidos de hierro. *Revista de Metalurgia*, 34 (3).
- Das, S., Bououdina, M., y Manoharan, C. (2020). The influence of cationic surfactant CTAB on optical, dielectric and magnetic properties of cobalt ferrite nanoparticles. *Ceramics International*, 46(8), 11705–11716. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.202>
- de la Torre, E., Lozada, A. B., Adatty, M., y Gámez, S. (2018). Activated carbon-spinels composites for waste water treatment. *Metals*, 8(12). <https://doi.org/10.3390/met8121070>
- Gerbaldo, M. V., Crivello, M. E., Mendieta, S. N., y Elías, V. R. (2019). Degradación de Contaminantes Emergentes Presentes en Efluentes Acuáticos, Empleando Catalizadores tipo Ferritas. *AJEA*, 4. <https://doi.org/10.33414/ajea.4.383.2019>
- Gurgel, A. L., Martinelli, A. E., Conceição, O. L. de A., Xavier, M. M., Morales Torres, M. A., y de Araújo Melo, D. M. (2019). Microwave-assisted hydrothermal synthesis and magnetic properties of nanostructured cobalt ferrite. *Journal of Alloys and Compounds*, 799, 36–42. <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2019.05.309>

BIOGRAFÍA



Mi nombre es Carolina Gaibor egresada de la carrera de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional, soy una persona amigable y responsable. Me gusta hacer deporte en mi tiempo libre y conocer nuevos lugares. Me gusta trabajar en equipo y me considero una persona que trata

de organizar a todos, con la finalidad de cumplir los propósitos acordados.

- Hammiche-Bellal, Y., Djadoun, A., Meddour-Boukhobza, L., y Barama, A. (2013). *A Comparative Study on Spinel Iron-cobalt Oxide Prepared by Co-precipitation and Hydrothermal Routes*. 2(2), 2–05.
- Ji, G. B., Tang, S. L., Ren, S. K., Zhang, F. M., Gu, B. X., y Du, Y. W. (2004). Simplified synthesis of single-crystalline magnetic CoFe₂O₄ nanorods by a surfactant-assisted hydrothermal process. *Journal of Crystal Growth*, 270(1–2), 156–161. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2004.06.025>
- Kennaz, H., Harat, A., Guellati, O., Momodu, D. Y., Barzegar, F., Dangbegnon, J. K., Manyala, N., y Guerioune, M. (2018). Synthesis and electrochemical investigation of spinel cobalt ferrite magnetic nanoparticles for supercapacitor application. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 22(3), 835–847. <https://doi.org/10.1007/s10008-017-3813-y>
- Kuyucak, N., y Akcil, A. (2013). Cyanide and removal options from effluents in gold mining and metallurgical processes. *Minerals Engineering*, 50–51, 13–29. <https://doi.org/10.1016/J.MINENG.2013.05.027>
- Llusar, M., Foreá, A., Badenes, J. A., Calbo, J., Tena, M. A., y Monroá, G. (2001). *Colour analysis of some cobalt-based blue pigments*. www.elsevier.com/locate/jeurceramsoc
- Lopes-Moriyama, A. L., Madigou, V., Souza, C. P. de, y Leroux, C. (2014). Controlled synthesis of CoFe₂O₄ nano-octahedra. *Undefined*, 256, 482–489. <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2014.01.080>
- López, R. (2004). *Tesis para optar al Grado de Doctor en Física*. http://linux0.unsl.edu.ar/~rlopez/cap1_2.pdf
- Mishra, S., Sahoo, S. S., Debnath, A. K., Muthe, K. P., Das, N., y Parhi, P. (2020). Cobalt ferrite nanoparticles prepared by microwave hydrothermal synthesis and adsorption efficiency for organic dyes: Isotherms, thermodynamics and kinetic studies. *Advanced Powder Technology*, 31(11), 4552–4562. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2020.10.001>
- Prieto García, F., Rodríguez Avila, J. A., Castañeda Ovando, A., y E. Barrado, E. (2002). La Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, RLMM. In *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (Vol. 22, Issue 1). Universidad Simon Bolivar, Departamento de Ciencia de los Materiales. http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522002000100007&lng=es&nrm=iso&tlng=es
- Shyamaldas, Bououdina, M., y Manoharan, C. (2020). Dependence of structure/morphology on electrical/magnetic properties of hydrothermally synthesised cobalt ferrite nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 493, 165703. <https://doi.org/10.1016/J.JMMM.2019.165703>
- Sing, K. S. W. (1982). Reporting physisorption data for gas/solid systems. *Pure and Applied Chemistry*, 54(11), 2201–2218. <https://doi.org/10.1351/PAC198254112201>
- Tolani, S. C., Golhar, A. R., y Rewatkar, K. G. (2019). A review of morphological, structural behaviour and technological applications of ferrites. *AIP Conference Proceedings*, 2104. <https://doi.org/10.1063/1.5100459>
- Vadivel, M., Babu, R. R., Ramamurthi, K., y Arivanandhan, M. (2016). CTAB cationic surfactant assisted synthesis of CoFe₂O₄ magnetic nanoparticles. *Ceramics International*, 42(16), 19320–19328. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2016.09.101>
- Zhang, Y., Liu, Y., Yang, Z., Xiong, R., y Shi, J. (2011). Synthesis of CoFe₂O₄ nanoparticles with tunable magnetism by the modified hydrothermal method. *Journal of Nanoparticle Research*, 13(10), 4557–4563. <https://doi.org/10.1007/s11051-011-0412-1>
- Zhao, L., Zhang, H., Xing, Y., Song, S., Yu, S., Shi, W., Guo, X., Yang, J., Lei, Y., y Cao, F. (2008). Studies on the magnetism of cobalt ferrite nanocrystals synthesized by hydrothermal method. *Journal of Solid State Chemistry*, 181(2), 245–252. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2007.10.034>

ANEXOS:

$$\frac{0,00262 \text{ g NaCN}}{5 \text{ mL}} \times \frac{26,01 \text{ g CN}^-}{49 \text{ g NaCN}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 278,46 \frac{\text{mg}}{\text{L}} [\text{CN}]^-$$

ANEXO I: Resultados obtenidos de la influencia del agente precipitante.

La Figura A1 muestra la experimentación de la síntesis de ferritas empleando como agente precipitante hidróxido de amonio a condiciones de pH 10 durante 18 h de reacción y temperatura de 180 °C.



Figura A1. Experimentación FC_NH₄OH_pH10 a condiciones de 18 h y 180°C.

En la Figura A2 se presenta la experimentación empleando como agente precipitante hidróxido de sodio condiciones de pH 12 durante 18 h de reacción y temperatura de 180 °C.



Figura A2. Experimentación FC_NaOH_pH12 durante 18 h y temperatura de 180 °C.

ANEXO II: Ejemplo de cálculo y resultados obtenidos del ensayo catalítico.

Ejemplo de cálculo

- Determinación de la masa de NaCN

$$V_{\text{AgNO}_3} \text{ mL} \times \frac{4,33 \text{ g AgNO}_3}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{98 \text{ g NaCN}}{169,87 \text{ g AgNO}_3} \quad (\text{A1})$$

$$1,05 \text{ mL} \times \frac{4,33 \text{ g AgNO}_3}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{98 \text{ g NaCN}}{169,87 \text{ g AgNO}_3} = 0,00262 \text{ g NaCN}$$

- Determinación de la concentración de [CN]⁻ en una alícuota de 5 mL.

$$\frac{\text{masa g NaCN}}{\text{alícuota mL NaCN}} \times \frac{26,01 \text{ g CN}^-}{49 \text{ g NaCN}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \quad (\text{A2})$$

- Determinación del porcentaje de oxidación al tiempo 0,5 h.

$$100 - \left(\frac{[\text{CN}]_{t=0,5h}^-}{[\text{CN}]_0^-} \right) \times 100 \quad (\text{A3})$$

$$100 - \left(\frac{0,25193 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{CN}^-}{0,27845 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{CN}^-} \right) \times 100 = 9,52\%$$

En la Figura A3 se observa el porcentaje de oxidación del ion cianuro en función del tiempo de la muestra de ferrita FCsc_pH12_150°C (110 mL).

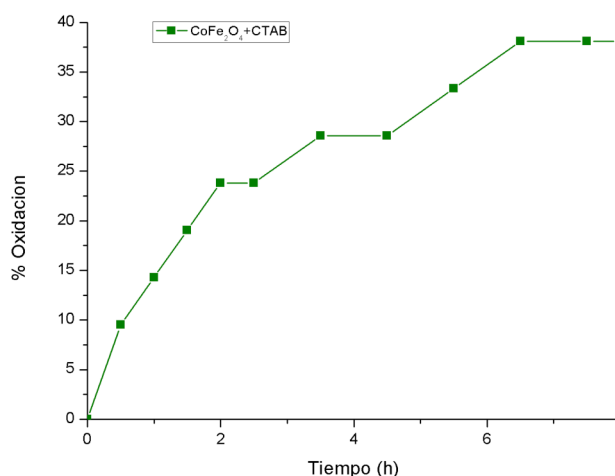


Figura A3. Representación del porcentaje de oxidación del ion cianuro en función del tiempo empleando ferrita de cobalto con CTAB sintetizada a pH 12, temperatura 150 °C, tiempo de reacción 18 h y calcinación 350 °C (110 mL) en una solución sintética de cianuro de sodio.

En la Tabla A1 se presentan los resultados obtenidos del ensayo catalítico de una solución sintética empleando ferrita de cobalto con CTAB sintetizada a pH 12, temperatura 150 °C, tiempo de reacción 18 h y calcinación 350 °C.

Tabla A1. Resultados obtenidos del ensayo catalítico.

Tiempo (h)	[CN] mg/L	%Oxidación	Ln [CN]
0	278,46	0,00	5,63
0,5	251,94	9,52	5,53
1	238,68	14,29	5,48
1,5	225,42	19,05	5,42
2	212,16	23,81	5,36
2,5	212,16	23,81	5,36
3	198,90	28,57	5,29
4	198,90	28,57	5,29
5	185,64	33,33	5,22
6	172,38	38,10	5,15
7	172,38	38,10	5,15
8	172,38	38,10	5,15

ANEXO III: Resultados obtenidos del ensayo mediante absorción atómica.

Ejemplo de cálculo del contenido de cobalto

- Determinación de la concentración de cobalto.

$$\frac{0,82 \text{ mg}}{\frac{1}{100} \text{ L}} = 82 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ Co}$$

- Determinación de las moles de cobalto.

$$V_{\text{sol}} \text{ mL} \times [\text{Co}] \frac{\text{mg Co}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ mol Co}}{58,93 \text{ g Co}} \quad (\text{A4})$$

$$50 \text{ mL} \times 82 \frac{\text{mg Co}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ mol}}{58,93 \text{ g}} = 0,00007 \text{ mol Co}$$

- Cálculo de la relación molar de Fe/Co.

$$\frac{\text{mol Fe}}{\text{mol Co}} \quad (\text{A5})$$

$$\frac{0,00015 \text{ mol Fe}}{0,00007 \text{ mol Co}} = 2,09$$

A continuación, en la Tabla A2 se presentan los resultados obtenidos del ensayo mediante absorción atómica de la muestra disgregada de ferrita de cobalto FCsc_pH12_150°C (110 mL).

Tabla A2. Resultados obtenidos del contenido de cobalto y hierro.

Muestra	Contenido de cobalto			Contenido de hierro		
	Co 1/100	Co (mg/L)	Co (mol)	Fe 1/10	Fe (mg/L)	Fe (mol)
FCs_pH12_150°C(110mL)	0,82	82,0	7E-05	16,2	162,0	1,5E-04