

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE FERRITAS DE Cd, Pb y Mn VÍA HIDROQUÍMICA

FERRITE OF Cd, Pb and Mn, SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION BY HYDROCHEMICAL ROUTE

Eliazar Aquino¹, Francisco Prieto¹, Carlos A. Galán¹, César A. González¹, Enrique Barrado² y Jesús Medina²

- (1) Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Centro de Investigaciones Químicas, Carretera Pachuca-Tulancingo, km 4.5, C.P. 42076 Pachuca, Hidalgo - México
(2) Universidad de Valladolid, Facultad de Ciencias, Departamento de Química Analítica, Prado de la Magdalena s/n. C.P. 47005 Valladolid - España
(e-mail: prietog@uaeh.edu.mx)

Recibido: 07/07/2010 - Evaluado: 05/08/2010 - Aceptado: 09/08/2010

RESUMEN

El objetivo del presente trabajo ha sido obtener por vía hidroquímica y bajo condiciones optimizadas, ferritas de cadmio, plomo y manganeso y realizar comparaciones de sus características químicas, fisicoquímicas y estequiométricas. Se ha podido corroborar que el proceso de formación de ferritas in situ bajo condiciones óptimas, permite eliminar metales pesados como los evaluados de los medios acuosos, con eficiencias superiores al 98%. De igual manera se logran obtener estequiometrías definidas que permiten proponer los mecanismos de reacción que tienen lugar, toda vez que pueden ser justificados a partir de las estequiometrías logradas y por las diferentes técnicas empleadas en su caracterización. Se han podido dilucidar los mecanismos de sustitución de los iones Fe^{2+} por los metales divalentes como los estudiados en las estructuras de espinela inversa de estas ferritas y su correlación con las propiedades magnéticas de las mismas.

ABSTRACT

The objective of the present work has been to obtain by hydrochemical route and under optimized conditions, cadmium ferrites, lead and manganese and to make comparisons of its chemical, physicochemical and stoichiometric characteristics. It has been confirmed that under optimal conditions, in situ - ferrite formation process allows to eliminate heavy metals like the evaluated ones of watery means, with efficiencies rates above to 98%. Likewise, they are managed to obtain defined stoichiometries which allow to propose the reaction mechanisms evidenced, since they can be justified from the obtained stoichiometries and different techniques used in its characterization. It has been possible to explain the substitution mechanisms of Fe^{2+} ions by bivalents metals as the studied ones, in these ferrites' inverse spinel structures and their correlation with their magnetic properties.

Palabras clave: espinelas, iones ferrosos, campo cristalino, vía hidroquímica
Keywords: spinels, ferrous ions, crystalline field, hydrochemical route

INTRODUCCIÓN

Una de las formas de eliminar metales pesados del medio acuoso es mediante la formación de sólidos magnéticos (ferritas) por vía hidroquímica, donde los metales contaminantes son incorporados a la red cristalina (Prieto et al., 2002). Las ferritas pueden ser preparadas por técnicas del estado sólido, siendo las más comunes las obtenidas por vía cerámica (Botta et al., 2004; Brito, 2006; Prieto et al., 2007a), donde se emplean como materiales de partida el óxido de hierro α -Fe₂O₃ y el óxido o el carbonato de otros cationes deseados (M²⁺) en la ferrita. Estas síntesis se producen a altas temperaturas (1000-1400 °C), tiempos de reacción altos (>12 horas) y en atmósferas controladas, dependiendo de la composición deseada. Por este método no se logra conseguir que las ferritas presenten características específicas como tamaño de partícula, pureza, composición homogénea, estequiometría deseada, entre otros (Kubo et al., 1982; Valenzuela, 1994; Chávez, 2000). Otros métodos de síntesis como la coprecipitación (Barrera et al., 2007); sol-gel (Barrado et al., 2005); secado en spray y secado en frío, han sido estudiados.

Las ferritas son el resultado de la combinación del óxido férrico con otros óxidos metálicos, lo que se logra mediante la selección de reactivos o medios que sólo puedan reaccionar con algunas de las especies electroactivas presentes. En presencia de cantidades elevadas de ion ferroso y el empleo de una corriente de aire, que aporta oxígeno suficiente para una oxidación parcial del ion Fe²⁺ en un medio fuertemente alcalino (Chávez, 2000), el Fe(OH)₂ formado, es oxidado a Fe(OH)₃. Por esta técnica se obtienen sólidos con un tamaño de partícula <50 μ m, gran pureza y pueden ser obtenidos con la estequiometría deseada (Botta et al., 2004; Prieto et al., 2007b) MXFe_{3-x}O₄, siendo M el metal de interés, con valores de x < 1.00 (Prieto et al., 2002). Las ferritas presentan una estructura cúbica del tipo espinela. El compuesto más representativo, es la magnetita (Fe₃O₄ ó FeO.Fe₂O₃), con una composición química de 24.1% de Fe²⁺, 48.3% de Fe³⁺ y un 27.6% de O²⁻ (Figura 1).

La estructura general puede ser expresada como AB₂O₄, donde A representa las posiciones tetraédricas y B las posiciones octaédricas. En la celda unidad se pueden distinguir 32 átomos de Oxígeno, 64 posiciones tetraédricas y 32 octaédricas (Brown y Leway, 1987).

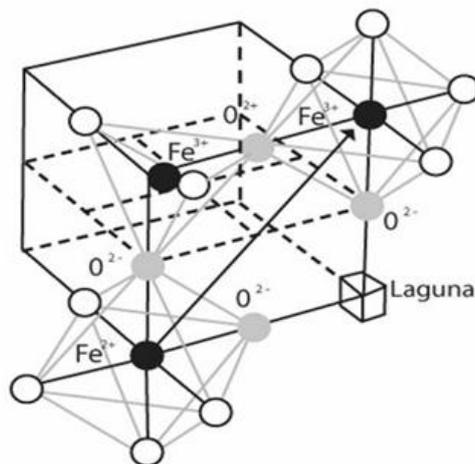


Fig. 1: Esquema de la estructura cristalina de la magnetita [1].

Es conocido que muchos de los elementos de transición o sus óxidos, pueden ser magnetizados, según el tipo de ordenamiento de los momentos magnéticos que pueden ser: paralelos o ferromagnéticos, que poseen por si

mismos magnetismo; antiparalelos o antiferromagnéticos los cuales no poseen propiedades magnéticas y ferrimagnéticos, que presentan propiedades magnéticas solo cuando están cerca de un campo magnético. Para visualizar el origen de estos momentos, es necesario analizar un sistema simple formado por dos iones (Fe^{3+} y O^{2-}). El ión del oxígeno con una configuración $2p$ llena, tendría una interacción casi nula con iones metálicos; sin embargo en estado excitado si puede interactuar (Figura 2a).

El posible mecanismo implica la transferencia temporal de un electrón de la capa $2p$ del oxígeno hacia un ión metálico vecino (Prieto et al., 2002) debida a las fuerzas de repulsión que experimentan los electrones con los electrones de su átomo vecino, generando un momento dipolar instantáneo (Figura 2b). Ésta inducirá un momento dipolar similar a un átomo adyacente, lo que se conoce como fuerzas de dispersión de London (Standley, 1972).

Considerando que el orbital $2p$ del oxígeno interactúa con el orbital $3d$ del hierro, en el estado excitado un electrón p del oxígeno lo abandona y se aloja el ión Fe^{3+} temporalmente, convirtiéndose al ión momentáneamente a Fe^{2+} (Figura 2b).

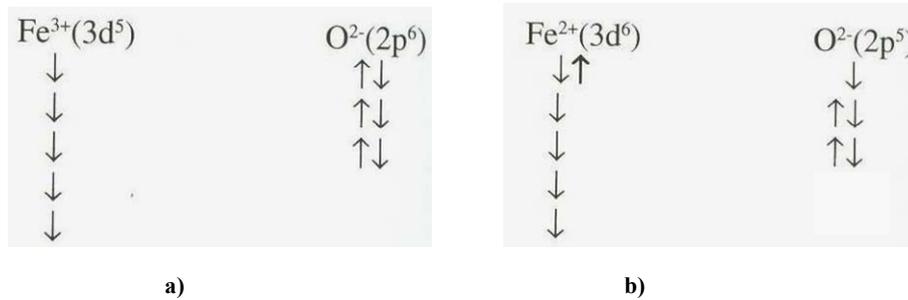


Fig. 2: a) Configuración electrónica del (Fe^{3+} y O^{2-}) antes de una transferencia temporal de electrones; b) Configuración electrónica del Fe^{3+} y O^{2-} después de una transferencia temporal de electrones.

Aplicado a la magnetita, se puede visualizar la transferencia de un electrón desde el ión Fe^{2+} hacia el ión Fe^{3+} utilizando para transportar éste al ión O^{2-} vecino.

MATERIALES Y MÉTODOS

El esquema de síntesis se muestra en la Figura 3. Las ferritas formadas fueron separadas de la fase líquida, y esta última se neutralizó para su vertido al medio. Los lodos lavados y secados, fueron caracterizados. Las síntesis se realizaron bajo la metodología reportada y optimizada en trabajos previos (Chávez, 2000; Barrera et al., 2007; Barrado et al., 1999; Prieto et al 2007a).

Se prepararon soluciones de Pb^{2+} , Cd^{2+} y Mn^{2+} en forma de nitratos a concentración de 1g/L del ion metálico, se realizaron los cálculos necesarios para obtener la cantidad requerida a pesar de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ para una relación molar 15:1 [Fe^{2+}]/[Me^{2+}]. En un reactor de 500 mL conectado a un termostato se adicionaron 300 mL de la solución del ión metálico correspondiente y se introdujo a la solución un electrodo combinado (vidrio-Calomell) y un sensor de temperatura. La solución se agitó y se mantuvo a 60°C, se agregó unas gotas de una solución de NaOH 2M y se puso en contacto un flujo de aire, se continuó agregando la solución básica hasta ajustar el pH a 10 y mantenido durante una hora. Transcurrido el tiempo de reacción, la solución se dejó enfriar a temperatura ambiente, posteriormente se filtró a vacío. El líquido claro se reservó para los análisis de la concentración de metal remanente (Pb^{2+} , Cd^{2+} y Mn^{2+} , según el caso), el sólido se lavó con abundante agua destilada para

eliminar los excesos de NaOH y las sales de Na_2SO_4 , posteriormente se secó a 100°C en una estufa por 2h. El resto del agua depurada se neutralizó con HCl hasta pH entre 6.0-7.5; quedando dispuesta para su vertido. Este experimento se realizó 9 veces. Se prepararon tres muestras de las aguas de filtrado de los 9 experimentos para cada ferrita metálica. Se tomaron 50 mL de agua del filtrado, se adicionaron 5 mL de HNO_3 y se aforaron a 100 mL; fueron analizadas por Espectroscopia de Absorción Atómica en llama (EAALL). Se pulverizó una pequeña cantidad de muestra de los sólidos obtenidos para los análisis de DRX y MEB.

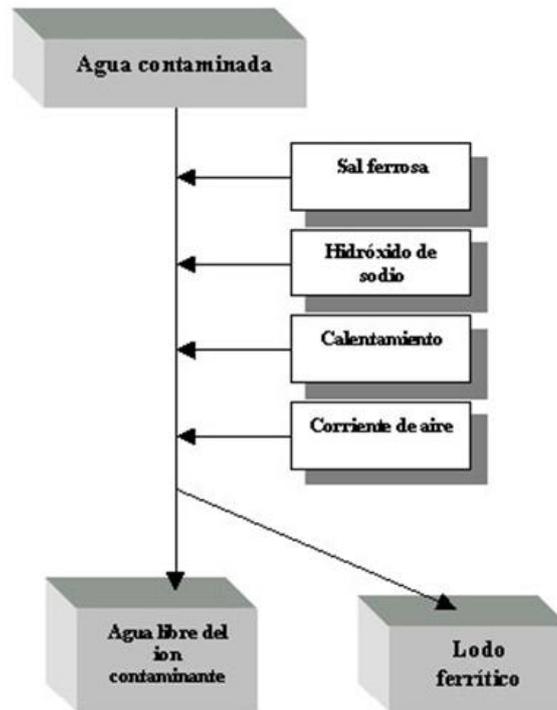


Fig. 3: Esquema del proceso de síntesis de ferritas de cadmio, plomo y manganeso

Otra parte de los sólidos fueron sometidos a digestión con 5 mL de HNO_3 pesando 0.1000 g de cada ferrita; los digestatos se aforaron a 50 mL y se realizaron las diluciones correspondientes para las determinaciones de concentraciones del metal en cuestión y Fe_{total} por espectroscopia de emisión con plasma acoplado inductivamente (ICP).

En los sólidos obtenidos, parte del Fe_{total} cuantificado está en forma de Fe^{2+} por lo que es importante determinar qué concentración de esta especie se encuentra en el sólido. Se midió por espectrofotometría UV-VIS con 1-10-fenantrolina. Un peso de 0.2000 g se somete a digestión con 10 ml de HCl al 25% burbujeando nitrógeno gaseoso, una vez disuelto en el propio vaso de precipitado se adicionan 20 ml de agua desionizada, se trasvasa a un matraz aforado de 100 ml y se le adicionan 10 ml de solución acético-acetato y 10 ml de solución de 1-10-fenantrolina, al desarrollo del color se lee en celda de 1 cm de recorrido óptico a $\lambda=515$ nm. Previamente se realizó un curva de calibrado a partir de sal de Mohr $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}]$, como patrón primario de Fe^{2+} .

La morfología y análisis cualitativo de metales y Fe_{total} , incorporados a las estructuras cristalinas, se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido (MEB) en microscopio JEOL JSM-820, a 20kV y misma distancia de trabajo (39 mm). Para el análisis de FTIR se utilizó un equipo PERKIN-ELMER FT-IR system Spectrum GX. Todos

los espectros de FTIR de las ferritas se obtuvieron en el intervalo de 4000 a 370 cm⁻¹. Las muestras fueron preparadas como pastillas de KBr. Por difracción de rayos X (DRX) se caracterizaron las fases presentes en los sólidos obtenidos. Por otro lado, se realizó un estudio de la distribución y tamaños de partículas para las tres ferritas obtenidas. Se utilizó un equipo analizador de tamaños y distribución de partículas mediante difracción de rayo láser, de la firma Beckman Coulter, modelo LS13-320.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los datos obtenidos del estudio de EAALL del agua del filtrado (concentraciones remanentes de metales) se muestran en la Tabla 1. Estos valores demuestran la alta eficiencia del método para remover estos contaminantes metálicos. Debe destacarse que los altos valores de concentraciones (1000 ppm) que se han utilizado, resultan excesivos para condiciones reales, como residuos industriales que son vertidos, dado que la actual NOM-001-SEMARNAT-2000 (DOF, 2000) no permite estos niveles. La cantidad de metal incorporada a la red cristalina del sólido se puede obtener por diferencia entre la concentración inicial de la solución y la remanente. Los valores de concentración de Cd²⁺ remanente en el agua depurada no fueron detectados por análisis de EAALL (<LD, que para este caso fue de 0.022 mg/L). Los contenidos de los metales en estudios en los sólidos obtenidos y considerados como incorporados a los mismos se muestran en la Tabla 2 expresados en porcentaje (m/m). Se calcularon las fórmulas estequiométricas de las ferritas formadas y sus respectivos pesos moleculares (Tabla 3).

De las determinaciones espectrofotométricas de Fe²⁺ se encontró que para los tres sólidos (Tabla 3), la concentración relativa de esta especie es menor que lo reportado para una magnetita pura (24.10%), en tanto que los porcentajes de Fe³⁺ varían relativamente poco (≈48%). Esto es indicativo de que en efecto, los iones metálicos divalentes (Pb²⁺, Cd²⁺ y Mn²⁺) que se incorporan a las ferritas, lo hacen sustituyendo sitios de los iones Fe²⁺ en posiciones octaédricas.

Para Fe²⁺ (3d⁶)

Campo Tetraédrico

$$\begin{array}{cccc} 2/5 \Delta t \uparrow & 1 & 1 & 1 & t_{2g} \\ \hline 3/5 \Delta t \uparrow & 2 & 1 & & e_g \end{array}$$

$$\begin{aligned} \text{EECC} &= 3(3/5) \Delta t - 3(2/5) \Delta t \\ \text{EECC} &= 3/5 \Delta t \approx 2/5 \Delta_0 \end{aligned}$$

Campo Octaédrico

$$\begin{array}{cccc} 3/5 \Delta_0 \uparrow & 1 & 1 & & e_g \\ \hline 2/5 \Delta_0 \uparrow & 2 & 1 & 1 & t_{2g} \end{array}$$

$$\begin{aligned} \text{EECC} &= 4(2/5) \Delta_0 - 2(3/5) \Delta_0 \\ \text{EECC} &= 2/5 \Delta_0 \end{aligned}$$

Fig. 4: Estabilidad del campo cristalino para Fe²⁺.

Aplicando la teoría de estabilización del campo cristalino y el desdoblamiento energético de los orbitales "d" (Δ) en un campo octaédrico o tetraédrico y calculando las energías de estabilización de los respectivos campos cristalinos (EECC), se puede observar en la Figura 4, los cálculos para el ion Fe²⁺, el cual no muestra

preferencia por ninguna de las posiciones antes indicadas. La energía requerida para su estabilización en cualquier campo cristalino es la misma, $EECC = 2/5 \Delta_0$.

Tabla 1: Contenido del metal remanente en el agua

Ferrita metálica	muestra	metal en mg/L	concentración molar inicial (M)	concentración molar final (M)	% Eficiencia
Pb	1	1,120	4,82E-03	5,61E-06	99,884
	2	1,210		6,08E-06	99,874
	3	0,980		4,77E-06	99,901
Media		1,103	-	5,49E-06	99,886
Des est		0,095	-	5,419E-07	0,011
%CV		8,58	-	9,08	0,01
Cd	1	< LD	8.89E-03	< LD	99,999
	2	< LD		< LD	99,999
	3	< LD		< LD	99,999
Media		< LD	-	< LD	99,999
Des est		-	-	-	0,000
%CV		-	-	-	0,00
Mn	1	0,094	0,018	1,71E-06	99,991
	2	0,094		1,71E-06	99,991
	3	0,076		1,38E-06	99,992
Media		0,088	-	1,60E-06	99,991
Des est		0,008	-	0,000	0,001
%CV		9,64	-	9,72	0,001

Tabla 2: Resultados de concentración de manganeso, cadmio y plomo en las ferritas obtenidas.

Muestra	mg Me ²⁺ /g de ferrita	% Metal (m/m)
Ferrita de manganeso	118.53 (0.037)	11.85 (0.037)
Ferrita de cadmio	58.50 (0.032)	5.85 (0.013)
Ferrita de plomo	40.56 (0.155)	4.06 (0.062)

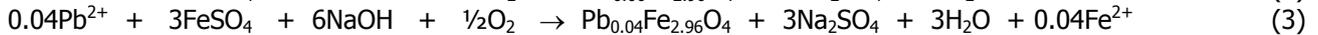
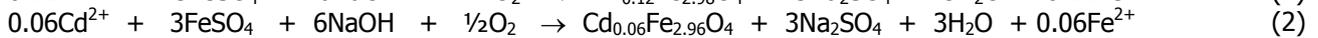
Entre paréntesis las desviaciones estándar

Tabla 3: Composiciones Estequiométricas determinadas y pesos moleculares. Análisis de resultados de las especies de Fe encontrados en las ferritas sintetizadas.

Fórmula	%m/m Fe ⁺²	%m/m Fe _{tot}	%m/m Fe ⁺³	Peso Molecular (g/mol)
Mn_{0.12}Fe_{2.88}O₄	19.46 (0.053)	68.34 (0.095)	48.88 (0.071)	231.40
Cd_{0.06}Fe_{2.94}O₄	19.93 (0.011)	69.13 (0.304)	49.20 (0.383)	234.99
Pb_{0.04}Fe_{2.96}O₄	21.20 (0.339)	69.06 (0.055)	47.86 (0.110)	237.60

Entre paréntesis las desviaciones estándar.

Para el Mn^{2+} ($3d^5$) por su parte, se requiere menor energía ($EECC = 0 \Delta_0$) para su estabilización en un campo cristalino octaédrico. De manera similar sucede para los iones Cd^{2+} ($4d^{10}$) y Pb^{2+} ($5d^{10}$). Esto permite atribuir que en efecto la orientación preferencial de estos iones, es hacia el octaedro, de donde es sustituido el Fe^{2+} . Por otro lado y en virtud de que los radios iónicos del Pb^{2+} y del Cd^{2+} son mucho mayores (180 y 97 pm, respectivamente) que el del Fe^{2+} (76 pm), es de esperar que estos, ocupen las posiciones octaédricas donde sustituyen los iones Fe^{2+} , produciendo modificaciones a las distancias del enlace metal-oxígeno en los ejes axiales de los octaedros del retículo cristalino. Por su parte el Mn^{2+} que presenta un radio iónico menor (65 pm) al del Fe^{2+} también sustituye posiciones octaédricas, lo cual hace de una manera relativamente más fácil y permite explicar que su concentración en el sólido sea mayor que la de los iones Cd^{2+} y Pb^{2+} . Igualmente modifica las distancias de enlace metal-oxígeno pero en la medida de un acortamiento de las distancias de dichos enlaces. De acuerdo a las estequiometrías encontradas, se llega a proponer los siguientes mecanismos de reacción (ecuaciones 1-3).



En la figura 5 a, b y c se aprecian las microfotografías que corresponden a las muestras de ferritas de manganeso, cadmio y plomo, respectivamente. Se observan tamaños de partículas promedios entre 3-5 micras. También se aprecian otras partículas de tamaños mayores como agregados y otras partículas de menor tamaño.

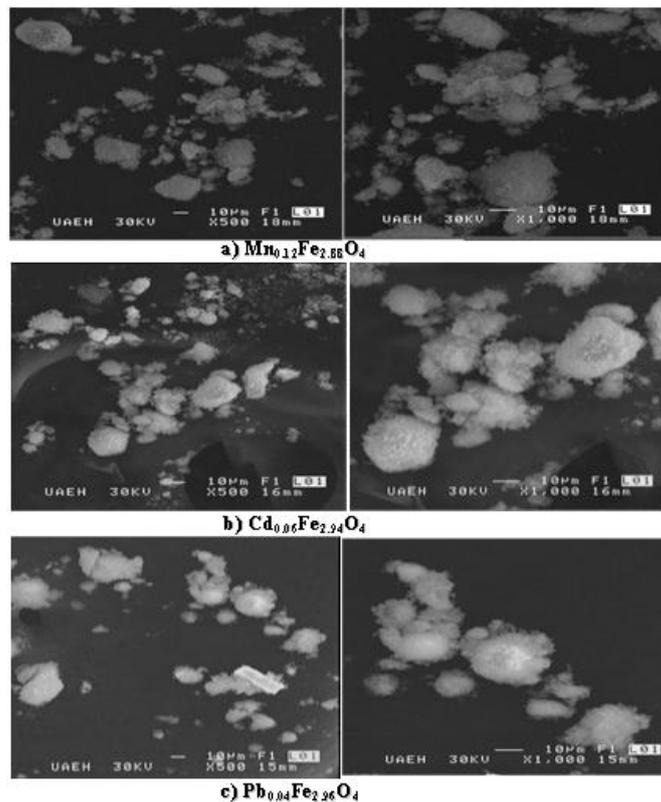


Fig. 5: a) Microfotografía de la ferrita de Mn, b) Microfotografía de la ferrita de Cd y c) Microfotografía de la ferrita de Pb. Obtenidas por MEB.

En la figura 6a se muestra que la mayoría de las partículas para la ferrita de plomo tienen un diámetro entre 3.0-3.1 μm (partículas mayoritarias); sin embargo aparecen otras de tamaño promedio cercano a 20 μm y otras mayores aproximadamente de 40 μm . Igualmente ocurre en la figura 7b para la ferrita de cadmio. En la figura 7c se muestra que el diámetro promedio para las fracciones mayoritarias de las partículas de las ferritas de manganeso fue entre 4,0-4.5 μm , ligeramente mayores que las anteriores mencionadas. También se observó partículas con diámetro promedio de 20 μm y no así de diámetros mayores.

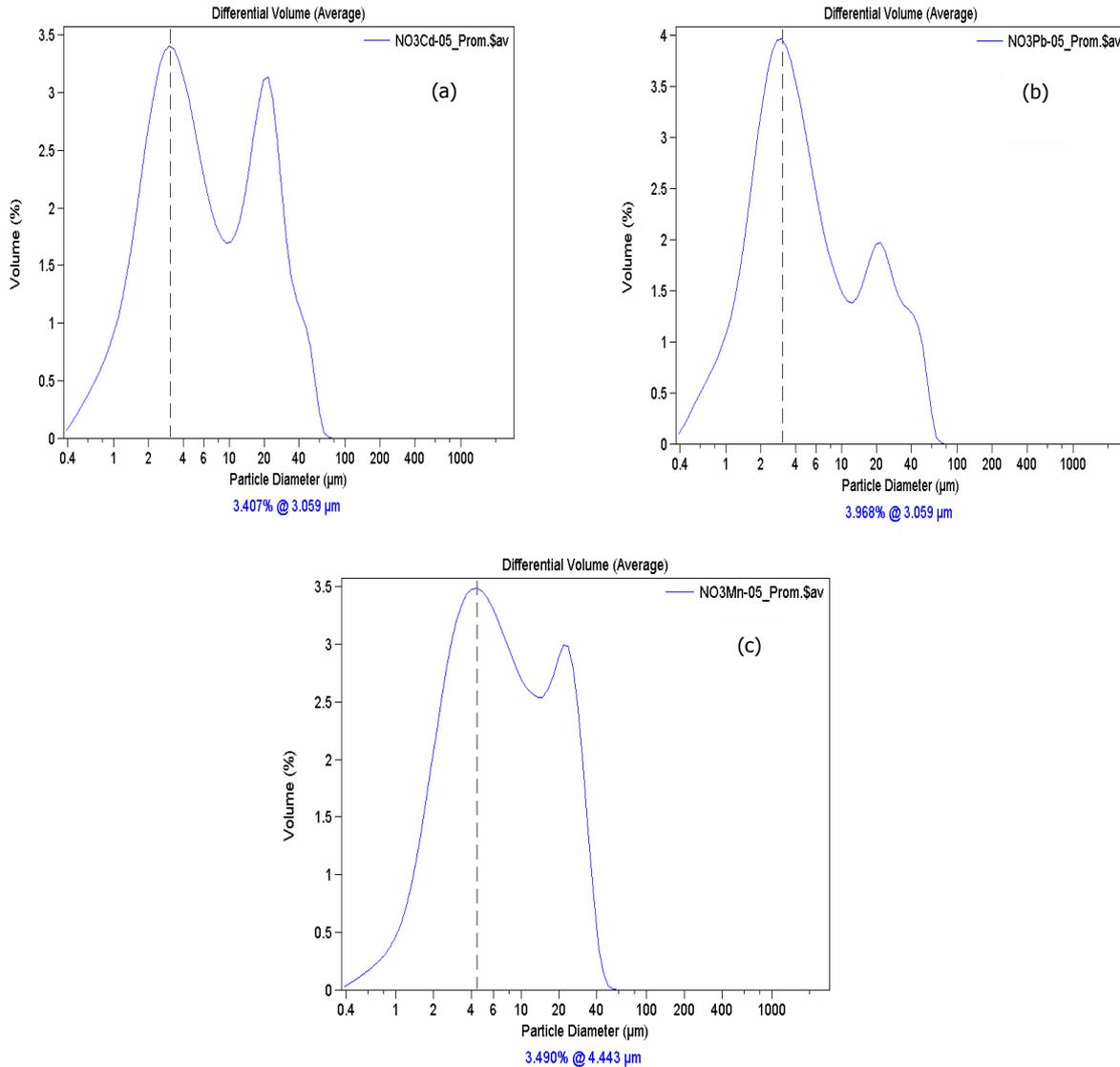


Fig. 6: a) Distribución y tamaños de partículas en ferrita de cadmio; b) Distribución y tamaños de partículas de plomo; c) Distribución y tamaños de partículas de manganeso

En general el promedio de todas varía entre 1-30 μm , lo que se aproxima a lo observado en las microfotografías anteriores. También es interesante destacar que para las ferritas de plomo y cadmio (Figuras 6 a y b) se puede apreciar una mayor heterogeneidad de distribuciones y tamaños.

En los espectros de MEB de las ferritas se apreciaron las señales correspondientes a las líneas K_{α} , K_{β} y L_{α} y L_{β} para el Fe y para los metales respectivos y para el oxígeno; con ello se corrobora la presencia de dichos elementos en los sólidos obtenidos.

Estudios reportados (Alujas et al., 2003; Voll et al., 2006) demuestran que las bandas principales de una espinela están relacionadas con las vibraciones de los grupos octaédricos y su frecuencia depende de la naturaleza del catión y de la sustitución isomórfica en los sitios octaédricos. El rango de absorción para Mt-O-Mo se encuentran entre $800-600\text{ cm}^{-1}$ (donde Mt es un metal en posición tetraédrica y Mo un metal en posición octaédrica), mientras que entre $600\text{ y }400\text{ cm}^{-1}$ son esencialmente determinadas para Mo-O correspondientes a las bandas de vibración de alargamiento de los cationes en la coordinación octaédrica. En el espectro de la ferrita de plomo (Figura 7) se observa una banda en 799.6 cm^{-1} y una más intensa en 603.3 cm^{-1} asignadas a la vibración de tensión Mt-O-Mo. En 495.0 cm^{-1} se observa una banda que fue asignada a la vibración de tensión Mo-O. Se observa en 412.0 cm^{-1} una banda media asignada a la vibración de tensión Mt-Mo, atribuible según algunos autores (Jaén y de Araque, 2006) a la contribución de la presencia de magnetita, en este caso a la vibración de tensión Fet-FeO. También se observa una banda en 412.7 cm^{-1} que fue asignada a la vibración de tensión Mt-Mo. No se observó la banda débil Mt-O-Mo.

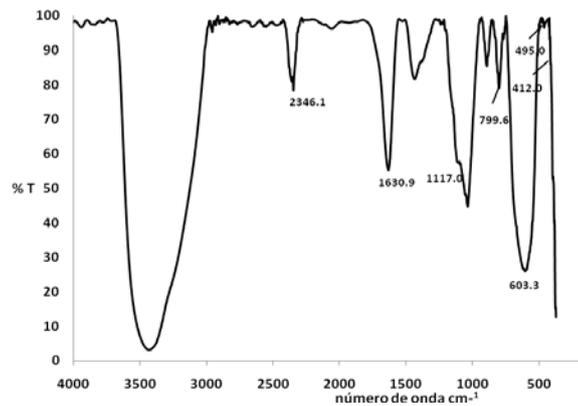


Fig. 7: Espectro de IR de $\text{Pb}_{0,04}\text{Fe}_{2,96}\text{O}_4$ en pastilla de KBr,

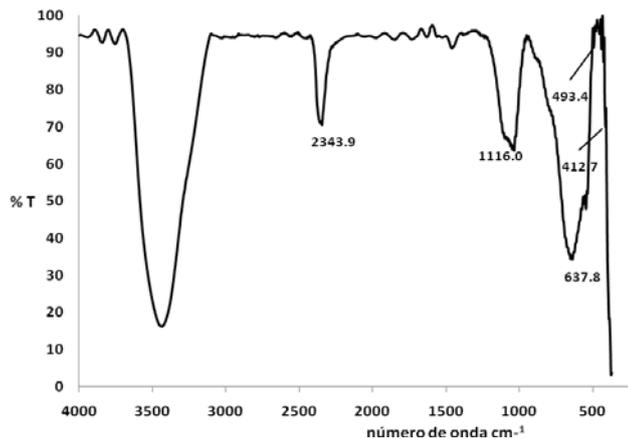


Fig. 8: Espectro de IR de $\text{Cd}_{0,06}\text{Fe}_{2,94}\text{O}_4$ en pastilla de KBr

En el espectro de la ferrita de cadmio (Figura 8) se observa una banda intensa en 637.8 cm^{-1} y otra en 493.4 cm^{-1} asignadas a la vibración de tensión Mt-O-Mo y Mo-O , respectivamente.

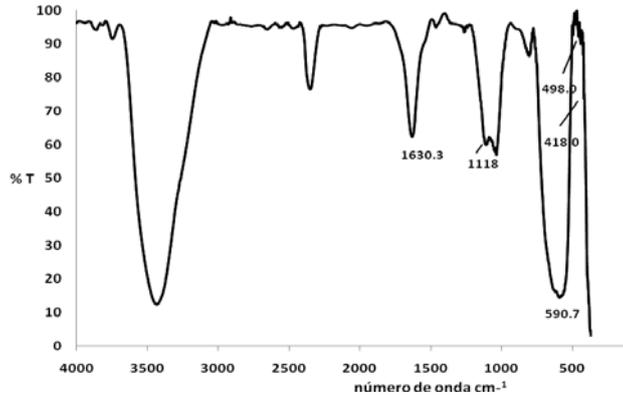


Fig. 9: Espectro de IR de $\text{Mn}_{0,14}\text{Fe}_{2,86}\text{O}_4$ en pastilla de KBr

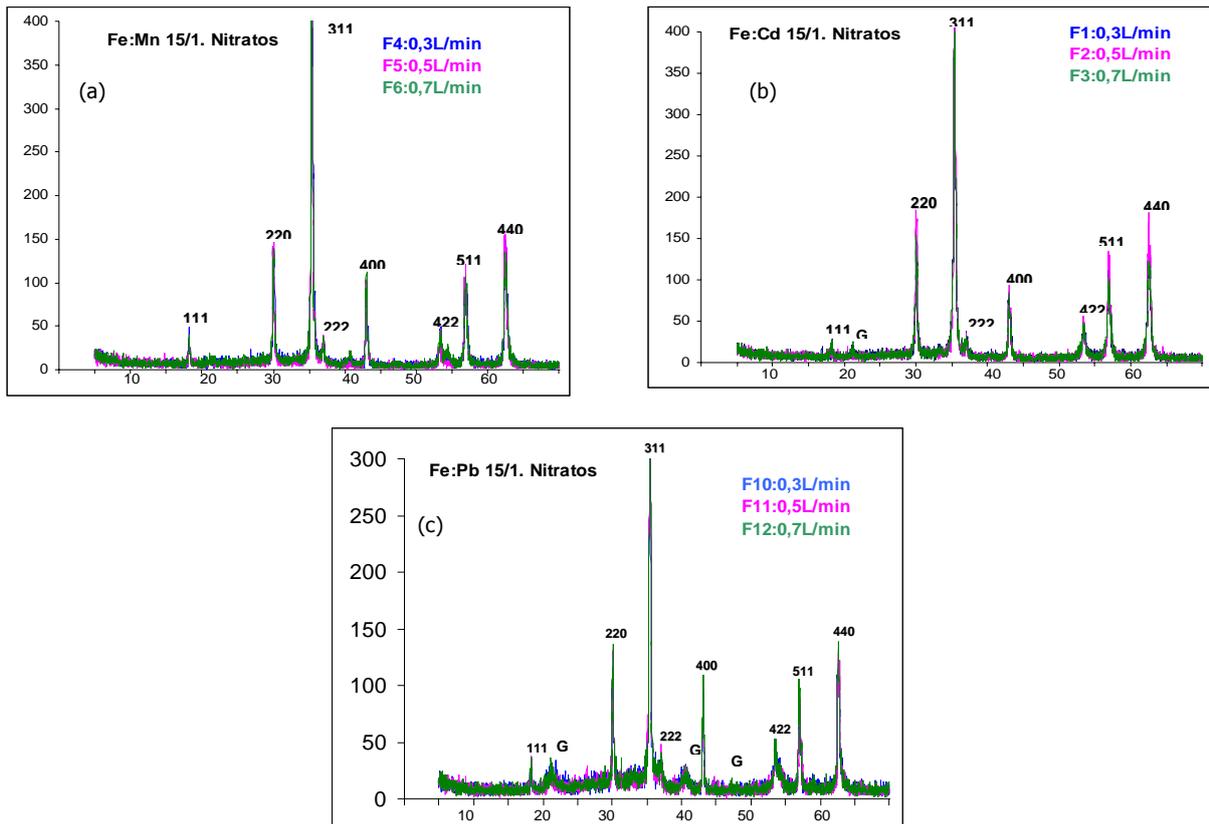


Fig. 10: (a) Difractograma de la ferrita de $\text{Mn}_{0,14}\text{Fe}_{2,86}\text{O}_4$; (b) Difractograma de la ferrita de $\text{Cd}_{0,06}\text{Fe}_{2,94}\text{O}_4$; (c) Difractograma de la ferrita de $\text{Pb}_{0,04}\text{Fe}_{2,96}\text{O}_4$

En el espectro de la ferrita de manganeso (Figura 9) se observa de igual modo la banda intensa en 590.7 cm^{-1} y una banda débil en 498.0 cm^{-1} asignadas a la vibración de tensión Mt-O-Mo y Mo-O respectivamente. Se observa también una banda en 418.0 cm^{-1} asignada a la vibración de tensión Mt-Mo. No se observó la banda débil Mt-O-Mo.

La Figura 10 a, b y c muestra los difractogramas obtenidos para las ferritas de manganeso, de cadmio y plomo, respectivamente.

Se observa la identificación de los planos cristalinos de una magnetita desplazada (ferrita), los cuales están presentes en las tres ferritas, y que se corresponden con los datos de la Tabla 4.

El tamaño promedio de partículas (en μm) puede ser estimado por medio de la ecuación de Scherrer (Lara et al., 2005):

$$D = \frac{0,89 * \lambda}{\beta * \cos \theta} \tag{4}$$

donde β es calculado siguiendo un ajuste de Lorentz ($\Delta\theta$) en el ancho medio del pico máximo de la línea de difracción de rayos X, pico que ocurre en el plano 311 (Betancourt y Rodríguez, 2004) y λ es la longitud de onda de la radiación de los rayos x, en este caso 1.5406 \AA . De acuerdo con los datos presentados de los espectros de DRX de las figuras anteriores, se encontró que los valores promedios del tamaño de partículas en μm son los que se muestran en la Tabla 5. Se puede apreciar que existe una buena correlación con lo encontrado en el analizador de tamaño de partículas por difracción de rayos Láser.

Tabla 4: Picos de difracción de rayos X (DRX) característicos de la magnetita (Fe_3O_4) como fase mayoritaria, presente en las ferritas sintetizadas. (*Referencia: JCPDS-ICDD Carta 19-629). Radiación $\text{CuK}\alpha$.

2θ	35,42°	62,51°	56,94°	30,10°	43,05°	53,39°	37,66°	18,15°
Intensidad* relativa del pico (%)	100	40	30	30	20	10	5	5
Plano (hkl)*	311	440	511	220	400	422	222	111
Ángulos 2θ de la ferrita de Mn	35,15°	62,85°	57,09°	30,15°	42,28°	53,62°	37,65°	18,10°
Ángulos 2θ de la ferrita de Cd	35,24°	62,70°	57,04°	30,12°	42,25°	53,49°	37,60°	18,06°
Ángulos 2θ de la ferrita de Pb	35,32°	62,55°	57,00°	30,05°	42,21°	53,42°	37,56°	18,12°

Tabla 5: Cálculos del tamaño promedio de partículas encontrados a partir de la expresión de Scherrer (Lara et al., 2005)

Ferrita de	Ángulo 2θ	Cos θ	β	Diámetro promedio (μm) por cálculos	Diámetro promedio (μm) por analizador
Ferr_manganeso	35,15	0,292	1,11	4,23	4,44
Ferr_cadmio	35,24	0,335	1,32	3,10	3,05
Ferr_plomo	35,28	0,353	1,34	2,90	3,05

CONCLUSIONES

Se concluye de este estudio que bajo condiciones optimizadas del proceso, es posible la eliminación de metales pesados como el Mn^{2+} , Cd^{2+} y Pb^{2+} de medios acuosos o aguas contaminadas, lográndose eficacias superiores al 98% y que bajo estas mismas condiciones es posible obtener las estequiometrías deseadas para darles algún valor agregado a estos residuos sólidos. Se han podido dilucidar los mecanismos de sustitución de los iones Fe^{2+} por los metales divalentes como los estudiados en las estructuras de espinela inversa de estas ferritas y su correlación con las propiedades magnéticas de las mismas.

REFERENCIAS

- Alujas, D.A.; Quintana, P.R.; Arniella, O.A.; Diaz, A.C.; Reguera, E. (2003); *Productos de la reducción carbotérmica de cromita refractaria a baja temperatura, una fuente alternativa en el tratamiento cromodifusivo de aceros*. Revista Lat. Amer. de Met. y Mat. Caracas: 23(2), 3-11.
- Barrado, E.E., Rodríguez, J.A., Prieto, G.F., Medina, H.J. (2005); *Characterization of iron oxides embedded in silica gel obtained by two different methods*. Journal of Non-Crystalline Solids: 351, 906–914.
- Barrado, E.E.; Prieto, G.F.; Castrillejo, M.Y.; Medina, H.J. (1999); *Chemical and electrochemical characterization of lead ferrites produced in the purification of lead-bearing wastewater*, Electrochimica Acta: 45(7), 1105-1111.
- Barrera, G.; Prieto, F.; Méndez, M.A.; Bolarín, A.M.; Sánchez, F. (2007); *Obtención por vía hidroquímica de ferritas de manganeso*. Revista Lat Amer de Met y Mat. Venezuela: 27(2), 95-105.
- Betancourt, R.; Rodríguez, S. (2004); *Obtención de latex magnético mediante la técnica de microemulsión*, Superficies y Vacío: 17(1), 38-41.
- Botta, P.M.; Bercoff, P.G.; Aglietti, E.F.; Bertorello, H.R.; Porto, J.M. (2004); *Preparación y Caracterización de Ferritas Mn-Zn a Partir de Mezclas de $ZnFe_2O_4$ y $MnFe_2O_4$* . Revista Matéria: 9(2), 144 – 150.
- Brito, V.L. (2006); *Ni-Zn ferrites: brief review on the conventional method of fabrication and the magnetic permeability and dielectric constant properties*. Cerámica: 52, 221-231.
- Brown, T.; Leway E. (1987); *Química la ciencia de central*. Ed Prentice -Hall, USA, p 307-310.
- Chávez, O. (2000); *Estudio estequiométrico y electroquímico de ferritas de cadmio. ($Cd_xFe_{3-x}O_4$) obtenidas por vía hidrotermal*. Trabajo de licenciatura. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, p 12-13.
- DOF-Diario Oficial de la Federación (2000); Norma Oficial Mexicana: NOM 001-SEMARNAT-2000. Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.
- Jaén, J.A.; de Araque, L. (2006); *Caracterización de los productos de corrosión de aceros al carbono en el clima tropical marino de Sherman (provincia de Colón, Panamá)*. Tecnociencia: 8(1), 49-63. <http://periodicos.capes.gov.br/portugues/index.jsp> acceso en: 01 de agosto de 2008.
- Kubo, O.; Ido, T.; Yokoyama, H. (1982); *Properties of Ba ferrite particles for perpendicular magnetic recording media*. IEEE transactions on magnetic: MAG-28, (6) 102-112.

Lara, P.Y.; Mena, M.; Carranza, S.Y.; Garza, M.A.; Hinojosa, M.; González, V. (2005); *Síntesis y caracterización de nanocompuestos magnéticos*. Ingenierías: VIII(29), 47-51.

Prieto, F.; Rodríguez, J.A.; Castañeda, A.; Barrado, E. (2002); *Síntesis hidrotermal de ferritas de plata. Una opción para depurar aguas residuales y recuperar plata en la industria minera*. Rev. LatinAm. Met. Mat.: 22(2), 26-37.

Prieto, F.; Sánchez, F.; Méndez, M.A.; García, G.; Gordillo, A.J. (2007a); *Obtención y caracterización de ferritas de manganeso por mecano-síntesis*. Boletín de la Sociedad Geológica de México, Tomo LIX Vol. 1, p.125-132.

Prieto, F., Serrano, S.S., Gordillo, J.A. (2007b); *Evaluación de sílice dopada con óxidos de hierro y pares metálicos, como absorbente de iones arseniatos en medios acuosos*. Revista Mexicana de Ingeniería Química: 6(2), 169-174.

Standley, K.J. (1972); Oxide magnetic materials. Ed. Oxford, USA, p 44-95.

Valenzuela, R. (1994); Magnetic Ceramics. Capítulo 2. Preparation of magnetic ceramics. Ed. Cambridge, Cambridge, USA, p 44-97.

Voll, D.; Beran, A.; Schneider, H. (2006); *Variation of infrared absorption spectra in the system $Bi_2Al_4-xFexO_9$ ($x = 0-4$), structurally related to mullite*. Phys Chem Minerals: (33), 623-628.

