



**Benemérita Universidad Autónoma de Puebla  
Facultad de Ingeniería Química**

**BUAP**

**“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE  
HEMATITA ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) POR UN PROCESO DE  
COMBUSTIÓN PARA LA ADSORCIÓN DE Ni y  
Pb EN AGUA”**

TESIS:

**como requisito para obtener el título de  
LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA**

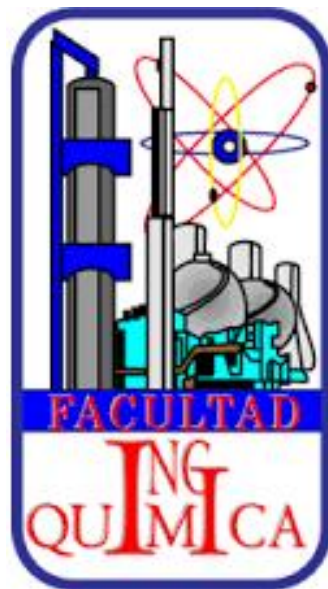
**Presenta:**

María Fernanda Luna Pérez  
(201840970)

**Dirigida por:**

Dr. Guillermo Santamaría Juárez  
Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez

©BUAP, octubre, 2025.





**BUAP**

Oficio No. FIQ/AC/157/2025  
Asunto: Registro de Tema de Tesis.

**C. MARÍA FERNANDA LUNA PÉREZ**  
PASANTE DE LA LICENCIATURA EN  
INGENIERÍA QUÍMICA  
PRESENTE:

Por medio del presente me permito informarle, de la aprobación del Registro de Tema de Tesis de la Licenciatura en Ingeniería Química cuyo título es el siguiente:

**"SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE HEMATITA ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) POR UN PROCESO DE COMBUSTIÓN PARA LA ADSORCIÓN DE Ni y Pb EN AGUA"**

Con el siguiente contenido:

INTRODUCCIÓN


CAPÍTULO 1	ANTECEDENTES
CAPÍTULO 2	METODOLOGÍA
CAPÍTULO 3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CONCLUSIONES  
BIBLIOGRAFÍA

Director de Tesis: Dr. Guillermo Santamaría Juárez.  
Co-Directora de Tesis: Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez.

Lo cual me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **UNICAMENTE POR UN AÑO**

Atentamente  
"Pensar Bien, Para Vivir Mejor"  
H. Puebla de Zaragoza a 19 de Septiembre de 2025

  
**Dr. Rubén Jonatan Aranda García**  
Secretario Académico



C.c.p. Director de Tesis: Dr. Guillermo Santamaría Juárez  
C.c.p. Co-Directora de Tesis: Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez.  
C.c.p. Archivo.

Facultad  
de Ingeniería  
Química

Av. San Claudio s/n, Col. San  
Manuel, Ciudad Universitaria,  
Puebla, Pue. C. P. 72590  
(222) 229 55 00  
Exts. 7250 y 7251



**BUAP**

Oficio No. FIQ/DI/629/2025  
Asunto: Modalidad de Titulación por Examen Profesional por Tesis

**Mtro. Juan Manuel Rosas Tapia**  
Director de Administración Escolar de la BUAP  
**Presente:**

At'n: Psic. Marcela Juárez Zenteno  
Jefa del Departamento de Titulación

Por este medio, me permito hacer de su conocimiento que la alumna:

Nombre completo de la alumna: **María Fernanda Luna Pérez**  
Matrícula: **201840970**  
Sustentante de la Carrera en: **Ingeniería Química**  
Fecha de Examen Profesional: **Viernes 24 de Octubre 2025 10:00 horas Presencial.**

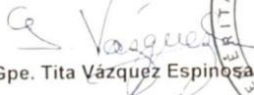
JURADO:

NOMBRE	CARGO
Dr. Miguel Ángel García Castro	Presidente
Dr. Daniel Cruz González	Secretario
Dr. Guillermo Santamaría Juárez	Vocal

**NOTA: ESTE DOCUMENTO TIENE VIGENCIA POR 6 MESES A PARTIR DE LA FECHA DE SU EXPEDICIÓN.**

Sin otro particular, le reitero las seguridades de mi fe y distinguida consideración.

Atentamente  
"Pensar Bien, Para Vivir Mejor"  
H. Puebla de Z., a 23 de Septiembre de 2025

  
**M.I.C. Ma. Gpe. Tita Vázquez Espinosa de los Monteros**  
Directora



C.c.p. Archivo

Facultad  
de Ingeniería  
Química

Av. San Claudio s/n, Col. San  
Manuel, Ciudad Universitaria,  
Puebla, Pue. C. P. 72590  
(222) 229 55 00  
Exts. 7250 y 7251

*Faltan mucho menos kilómetros  
por recorrer  
antes de dormir.*

*Anónimo.*

# AGRADECIMIENTOS

La presente Tesis es un esfuerzo en el cual, directa o indirectamente, participaron varias personas, dándome ánimo, acompañándome en los momentos de crisis y en los momentos de felicidad.

A la Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez con su gran calidad humana y científica, por haber confiado en mi persona, por el apoyo desmedido para la dirección de este trabajo.

Al Dr. Guillermo Santamaría Juárez por sus comentarios, sugerencias y correcciones, con las que he podido elaborar una adecuada investigación durante estos últimos años.

A la Dra. Mayte Juárez Meses por su apoyo incondicional y sus buenos consejos que fueron una guía y una buena compañía para mí

A Mis padres Alejandra Pérez Aguilar y Gerardo Luna Luna, por su forma de guiarme en esta vida, por acompañarme en cada día de mi vida dándome ánimo y sosteniéndome en situaciones difíciles

A mis hermanos Juan Luna Pérez y Marisol Luna Pérez por sus locuras y ocurrencias que siempre me hacen pasar un rato agradable, por sus consejos y opiniones, por no olvidarse por más lejos que este, quiero decirles que siempre me tendrán para ustedes, aunque este lejos o cerca de ustedes.

A mis abuelos Ausencia Luna Motolinía, Quirino Luna Ramírez y Felicitas Aguilar Bello por todos los momentos felices, por toda la sabiduría y por toda la fe que me brindan.

A mis tíos y tías en especial Maricruz Luna Luna y Elvira Pacheco Aguilar gracias por brindarme un refugio, un plato de comida, una manta para el frío, un lugar donde sentirme escuchada sin ser jugada y por cada una de sus atenciones que tuvieron conmigo.

A mis amigos Cuauhtémoc Ortega, Itzel Ochoa, Azul Morales, Alejandro Gonzales, Jesús Fernando Franco, Jeovany Blázquez Islas y Juan Carlos Islas Espíndola, por siempre darme ánimos, por ayudarme a creer en mí y por su cariño incondicional.

He dejado de nombrar a muchas personas que me han ayudado. Ellos ya saben quiénes son y les digo:

...tienen mi más sincera gratitud.

# RESUMEN

En este documento, se sintetizó un adsorbente para la eliminación de metales pesados presentes en el agua como Ni y Pb, mediante el método de combustión a partir de tres soluciones acuosas de nitrato de hierro nona hidratado  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y urea ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ ), variando la cantidad de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  utilizado en las tres soluciones y manteniendo el mismo valor de  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ , obteniendo así una reacción de acuerdo con la fórmula química de la hematita,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . La caracterización del material se realizó mediante DRX donde se obtuvo el mismo tipo de mineral para las tres soluciones iniciales por lo que se decidió usar los valores de la primera solución para evitar un mayor consumo de reactivos. La adsorción de metales en el agua se determinó por espectroscopia de absorción atómica, dando como resultado de adsorción máxima de hematita para Ni pasando de 10 ppm a un rango de 8.252 ppm a 9.890 ppm. Y para Pb pasando de 10 ppm disminuyó a un rango de 0.190 ppm a 0.230 ppm.

Los datos experimentales muestran que la hematita sintetizada es eficiente y puede reducir los porcentajes de metales pesados del agua.

# Tabla de contenido

<b>AGRADECIMIENTOS</b> .....	v
<b>RESUMEN</b> .....	vi
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	7
<b>PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b> .....	10
<b>JUSTIFICACIÓN</b> .....	12
<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b> .....	13
<b>HIPÓTESIS</b> .....	2
<b>CAPÍTULO I</b> .....	3
<b>MARCO TEÒRICO</b> .....	3
1.1 Metales Pesados.....	3
1.2 Niveles de contaminación en México.....	3
1.3 Níquel.....	4
1.4 Plomo.....	5
1.5 Límites Permisibles de Contaminantes en Aguas Residuales.....	6
1.6 Métodos de tratamiento de agua.....	7
1.6.1 Proceso de Adsorción.....	7
1.7 Hematita.....	7
1.8 Métodos De Síntesis De Hematita.....	9
1.8.1 Sol-Gel.....	10
1.8.2 Síntesis Hidrotermal.....	10
1.8.3 Descomposición Química.....	10
1.8.4 Combustión.....	11
1.9 Formas de caracterización de Hematita.....	12
1.9.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	12
1.9.2 Difracción de rayos X (DRX).....	12
1.10 Formas de medición de Metales Pesados en agua.....	13
1.10.1 Espectroscopia de Absorción Atómica (AAS).....	13
1.10.2 Fuente de radiación (lámpara).....	14
<b>CAPÍTULO II</b> .....	16
<b>Metodología</b> .....	16
2.1 ETAPA I. Síntesis de $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> mediante un proceso de combustión de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O Y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O y su caracterización morfológica, estructural y composicional.....	16

2.1.1 Síntesis de hematita ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) por proceso de combustión de Fe <sub>2</sub> NO <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O .....	17
2.1.1.1 Reacción química para la producción de hematita .....	17
2.1.1.2 Cantidad de hematita producida a partir de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O de las reacciones 1.5, 2.5 y 3.5 gr de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O a partir de la ecu. (3.1) .....	17
2.1.2 Caracterización de $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : SEM, DRX. ....	20
2.2 ETAPA II. Estudio de la capacidad de adsorción de Ni y Pb en $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> mediante la técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA) .....	20
2.2.1 Preparación y proceso de absorción de Ni en hematita .....	20
2.2.2 Preparación y proceso de absorción de Pb en hematita .....	21
2.2.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS .....	21
2.2.4 Curvas de calibración .....	22
2.2.5 Medición de Muestras .....	23
<b>CAPÍTULO III</b> .....	24
<b>DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b> .....	24
3.1 Caracterización de hematita Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Difracción de rayos X (DRX) .....	24
3.1.1 Caracterización por Microscopía electrónica de barrido (SEM) .....	24
3.1.2 Caracterización por Difracción de rayos X (DRX) .....	26
3.2 Curvas de calibración .....	29
3.3 Resultados de las concentraciones finales en las muestras de agua con contaminación inducida .....	30
3.3.1 Relación de 1.5:1 de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O .....	30
Níquel .....	30
Plomo .....	31
3.3.2 Relación de 2.5:1 de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O .....	32
Níquel .....	32
Plomo .....	33
3.3.3 Relación de 3.5:1 de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O .....	35
Níquel .....	35
Plomo .....	35
3.3.4 Análisis de Resultados .....	36
<b>CONCLUSIONES</b> .....	38
<b>BIBLIOGRAFÍA</b> .....	40

# ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Límites permisibles para Metales y Cianuros .....	7
<b>Tabla 2.</b> Reactivos utilizados en la síntesis de $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	16
<b>Tabla 3.</b> Cantidad de masa requerida de reactantes y productos de la reacción de la ecu. (1) a diferentes concentraciones de Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .....	17
<b>Tabla 4.</b> Cantidad de masa requerida de reactantes y productos de la reacción de la ecu. (1) utilizando como reactante 1 gr de urea.....	17
<b>Tabla 5.</b> Masa (g) de Fe <sub>2</sub> NO <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O y CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O.....	20
<b>Tabla 6.</b> Alícuotas para curva de calibración.....	22
<b>Tabla 7.</b> Concentración final (mg/L) de Niquel en la muestra 1.....	30
<b>Tabla 8.</b> Concentración final (mg/L) de Plomo en las muestras 3.....	31
<b>Tabla 9.</b> Concentración final (mg/L) de Niquel en la muestras 1.....	32
<b>Tabla 10.</b> Concentración final (mg/L) de Plomo en las muestras 3.....	34
<b>Tabla 11.</b> Concentración final (mg/L) de niquel en la muestra 3.....	35
<b>Tabla 12.</b> Concentración final (mg/L) de Plomo en las muestras 3.....	36

# ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Estructura cristalina de los óxidos de hierro. a) hematita, b) magnetita y c) maghemita. (Fuente: W. Wu et al., 2015) .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 2.</b> a) Forma natural de hematita, b) Estructura cristalina de hematita. (Fuente: W. Wu et al., 2015) .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 3.</b> Micrografías SEM de polvos de Fe <sub>2</sub> NO <sub>3</sub> /CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O: <b>a, b</b> 1:1, <b>c, d</b> 1:2 y <b>e, f</b> 1:4, m/m tomadas a 3000X y 5000X (X=amplificación).....	25

# ÍNDICE DE GRAFICAS

<b>Grafica 1:</b> Difractograma de hematita relación 1.5:1 m/m .....	26
<b>Grafica 2:</b> Difractograma de hematita relación 2.5:1 m/m .....	27
<b>Grafica 3:</b> Difractograma de hematita relación 3.5:1 m/m .....	28
<b>Grafica 4:</b> Curva de Calibración de níquel. ....	29
<b>Grafica 5:</b> Curva de Calibración de Plomo .....	29
<b>Gráfica 6:</b> Concentración de níquel final contra tiempo, relación 1.5:1. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ . ....	31
<b>Gráfica 7:</b> Concentración final de plomo contra tiempo final contra tiempo, relación 1.5:1 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ . ....	32
<b>Gráfica 8:</b> Concentración final de níquel contra tiempo final contra tiempo, relación 2.5:1 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ . ....	33
<b>Gráfica 9:</b> Concentración final de plomo contra tiempo final contra tiempo, relación 2.5:1 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ . ....	35
<b>Gráfica 10:</b> Concentración final de níquel contra tiempo final contra tiempo, relación 3.5:1 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ . ....	36
<b>Gráfica 11:</b> Concentración final de plomo contra tiempo final contra tiempo, relación 3.5:1 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ . ....	37

# INTRODUCCIÓN

En los últimos años, la contaminación ambiental se ha convertido en uno de los problemas más estudiados, en especial la generada por los metales pesados (MP) y metaloides, como el níquel (Ni) y el plomo (Pb), presentes en las fuentes hídricas del mundo. La liberación de estos contaminantes se debe al rápido incremento de la población mundial acompañada de las actividades domésticas, así como el alto desarrollo industrial y agrícola. Cada vez es más importante controlar los efectos perjudiciales de los contaminantes para mejorar el entorno de vida humana, pero estos no solo se encuentran en el agua, también en el suelo y el aire. Debido a las actividades que realizamos, nosotros como emisores y receptores de contaminantes, por ejemplo, al ingerir alimentos que fueron cosechados en tierras regadas con agua residual que viene de los desagües de drenajes.

El reusó del agua residual en la agricultura se ha convertido en una necesidad, que debe considerarse una alternativa, aunque no se ha evaluado en el contenido y migración de contaminantes, en particular de fertilizantes a base de fosfatados.

Los MP como cadmio (Cd), plomo (Pb), mercurio (Hg), níquel (Ni) y arsénico (As) pueden encontrarse en los herbicidas y plaguicidas como resultado de las materias primas utilizadas en su producción (rocas fosfáticas) o como impurezas introducidas durante el proceso de fabricación.

La toxicidad de los fertilizantes, herbicidas y plaguicidas radica en que una vez liberados al ambiente no pueden ser biodegradados en componentes menos perjudiciales, por lo que tienden a moverse a través del ecosistema hasta llegar a los humanos mediante aplicaciones mineras, industriales, domésticas, agrícolas y médicas, ocasionando problemas de salud, tales como daño o disminución de funciones del sistema nervioso central, alteración en la composición de la sangre y órganos vitales.

Por otra parte, la descontaminación puede entenderse como un proceso de migración. Esto se debe a que, nosotros como humanos, no podemos crear ni destruir

materia; solo podemos transformarla ([Antoine-Laurent Lavoisier 1743-1794](#)). Remover contaminantes del suelo no implica eliminar o descomponer los MP. sino migrarlos a un sitio donde sean menos peligrosos o dañinos, es decir creamos un ciclo. Por ejemplo, el níquel presente en algunos fertilizantes puede extraerse del suelo evitando que actúe como contaminante. Posteriormente, este material puede purificarse y comercializarse, como níquel puro. Los contaminantes pueden abandonar el suelo a través de procesos como la volatilización, disolución, lixiviado o erosión, y pasar a los organismos cuando se encuentran en formas bioasimilables, lo que normalmente ocurre cuando se encuentran en forma soluble, ([Huertos, E. G., & Baena, A. R. 2008](#)).

México es uno de los países con mayor producción agrícola, por ello, resulta fundamental generar conciencia sobre todo el daño provocado por las prácticas destinadas a incrementar el rendimiento de la producción alimentaria.

Recientemente, el interés en los óxidos de hierro como magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) y hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), ha ido creciendo debido al gran rango de aplicaciones que poseen (fotocatálisis, división fotocatalítica del agua, reducción de  $\text{CO}_2$  y degradación de contaminantes orgánicos) provocando la investigación interdisciplinaria sobre su síntesis y el estudio de sus propiedades; sin embargo, la producción de óxidos de hierro se ha convertido en un gran desafío para encontrar un procesamiento económicamente viable y con las características adecuadas para una aplicación en gran escala.

Se han documentado diferentes métodos para la síntesis de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), incluido el de descomposición térmica, hidrotermal, sol-gel y combustión. Sin embargo, el inconveniente de la mayoría de estos métodos es que carecen de control sobre el tamaño y la distribución de las partículas ([Lu, A., Salabas, E., & Schüth, F. 2007](#)). En las últimas décadas se han propuesto numerosos métodos para la eliminación eficiente de metales pesado del agua incluyendo filtración por membrana, adsorción, intercambio iónico, precipitación química y biorremediación. La adsorción, debido a sus ventajas de bajo costo, eficiencia y facilidad de operación, es uno de los métodos principales y más usados en los

últimos años para la remoción de metales pesados en muestras de agua y soluciones acuosas.

En este contexto, se propone sintetizar y evaluar la capacidad de adsorción de la hematita para la remoción de plomo y níquel en soluciones acuosas ideales por su posible presencia en aguas residuales.

# PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La contaminación por metales pesados en el agua es un problema ambiental de gran preocupación debido a sus efectos adversos en la salud humana y el ecosistema. El problema de los metales pesados es que, aunque se han utilizado a través del tiempo y son esenciales para las industrias, pueden dañar la salud humana y alterar el equilibrio de los sistemas ambientales, si alcanzan concentraciones excesivas. En cuanto a salud, el impacto por la exposición prolongada de los metales pesados depende del tipo de metal, la concentración y la edad de la población expuesta, lo que puede ocasionar afecciones como daños en órganos vitales hasta un desarrollo cancerígeno.

El plomo (Pb), además de ser un metal pesado, es considerado un elemento tóxico que se puede acumular en el cuerpo humano por inhalación o en la ingesta de agua y/o alimentos, la acumulación y toxicidad aparecen si se absorben más de 0.5 mg por día. El níquel (Ni), es un metal que puede encontrarse en aguas superficiales proveniente de la precipitación pluvial de partículas suspendidas en la atmósfera y por lixiviación. La concentración natural de níquel en ríos y lagos es muy baja, menor a 10 ppb, a diferencia de la concentración promedio en el agua potable que se encuentra entre 2 y 4.3 ppb. Sin embargo, las continuas descargas tanto domésticas como industriales en los cuerpos de agua aumentan las concentraciones de esos ecosistemas. (*Resumen de Salud Pública: Níquel (Nickel) | PHS | ATSDR, 2016*)

Para el tratamiento de estos contaminantes metálicos, los métodos tradicionales de remoción de metales pesados en agua son variados, no pueden resultar costosos o inefectivos, debido a la presencia de interferencias con otros compuestos en el agua, causando una remoción incompleta. En los últimos años, el método de adsorción ha sido muy utilizado para remover metales, considerando el carbón activado como el adsorbente más utilizado, sin embargo, es un material costoso. Por tal razón, el desarrollo de materiales adsorbentes que sean eficientes y económicos se ha convertido en una necesidad urgente.

La hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) ha obtenido un gran interés en su preparación y caracterización, debido a su potencial en diversas aplicaciones como catalizadores, pigmentos y mecanismos magnéticos. Ha demostrado ser un adsorbente prometedor para la remoción de metales pesados debido a su capacidad de adsorción superior al 90%. Su síntesis se ha reportado por diferentes métodos; entre ellos el método de combustión, que implica una reacción química exotérmica entre las sales metálicas y el combustible adecuado. (Pabón, S. E., Benítez, R., Sarria, R. A., & Gallo, J. A.2020)

# JUSTIFICACIÓN

Los metales pesados, como el plomo y el níquel, son contaminantes que pueden tener efectos adversos al ecosistema. Además de ser tóxicos para los seres vivos, los metales pesados que se liberan al medio ambiente a través de actividades antropogénicas, como las descargas industriales, pueden acumularse en estos, lo que puede causar problemas de salud a largo plazo, como daños al sistema nervioso.

La remoción de los metales pesados del agua puede lograrse a través de diversos métodos, sin embargo, el método de adsorción es uno de los más utilizados puesto que, a diferencia de los demás, tiene un menor costo y una mejor operatividad.

La hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) es un óxido de hierro que tiene una alta capacidad de adsorción para metales pesados. Se puede obtener mediante una variedad de métodos, incluido el método de combustión, siendo un método rápido y eficiente para la síntesis de hematita con alta pureza.

El material sintetizado podría utilizarse para la remoción de metales pesados diferentes a los propuestos. Por lo tanto, el desarrollo de un método eficiente y económico para la remoción de metales pesados presentes en agua puede ser una contribución importante para la protección de la salud humana y el medio ambiente.

# **OBJETIVO GENERAL**

El objetivo de este trabajo es sintetizar y caracterizar hematita para su estudio en la remoción de metales pesados presentes en el agua.

## **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Realizar la síntesis de hematita mediante el método de combustión.
- Caracterizar la hematita por difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB).
- Evaluar la eficiencia de la hematita en la adsorción de níquel y plomo por espectrofotometría de absorción atómica (EAA).

# HIPÓTESIS

- La hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) sintetizada por un proceso de combustión de urea y nitrato de hierro nonahidratado presentan una alta capacidad de adsorción para la remoción de Ni y Pb en solución acuosa.
- La eficiencia de absorción de la hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) se ve afectada por condiciones experimentales como la relación molar de síntesis.
- El equipo de espectrofotometría de absorción atómica es eficaz para medir la concentración de metales pesados como níquel y plomo en agua contaminada, lo que permite evaluar el efecto de la hematita en su remoción.

# CAPÍTULO I

## MARCO TEÒRICO

En los últimos años, la contaminación de sustancias químicas peligrosas, en especial por metales pesados, en los recursos hídricos se ha convertido en uno de los mayores problemas ambientales a nivel global, debido a la escorrentía de las industrias contaminadoras como la textil, la metalurgia, la galvanización, la electrónica, la minería y la agrícola.

### 1.1 Metales Pesados

El término “metal pesado” puede ser utilizado para hacer referencia a aquellos metales o metaloides con el potencial de causar problemas de toxicidad ([Alloway, BJ 2013](#)).

Los metales pesados (MP) son un conjunto de elementos con propiedades metálicas, en el que se incluyen los metales de transición, algunos semimetales, lantánidos y actínidos. Además, son considerados como elementos químicos de alta densidad, basando su clasificación en la densidad específica, mayor a  $5\text{g/cm}^3$ . Están presentes naturalmente en el medio ambiente en concentraciones no perjudiciales para las diversas formas de vida debido a su persistencia, bioacumulación, propiedades no biodegradables y toxicidad incluso en concentraciones bajas, los metales pesados como Pb y Ni, se liberan a los ecosistemas acuáticos y a los suelos principalmente a causa de diversas actividades antropogénicas ([Chowdhury et al., 2016](#)).

### 1.2 Niveles de contaminación en México

Se estima que la contaminación del agua Según datos de la Red Nacional de Medición de la Calidad del Agua (RENAMECA) de CONAGUA, el 59.1% de los ríos, lagos, presas y lagunas monitoreados presentan niveles de contaminación que los hacen no aptos para ciertos usos. ([CONAGUA, 2024](#)). Actualmente, existen en México normas oficiales que establecen los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, tal como la ([NOM-001-SEMARNAT-](#)

2021); incluyendo los metales pesados totales, y la forma de regular la disposición de residuos industriales.

### 1.3 Níquel (Ni)

Es un metal de transición de color blanco plateado, buen conductor de la electricidad y del calor. Dos propiedades mecánicas muy significativas de este elemento son su elevada ductilidad y maleabilidad, pudiendo laminarse, pulirse y forjarse fácilmente. (Prtr-España. (s. f.). Ni)

La presencia de Ni en aguas superficiales se debe a dos factores: la lixiviación y la precipitación de partículas suspendidas en la atmósfera. Las concentraciones de níquel en ríos y lagos suelen ser muy bajas, con el promedio generalmente menor de 10 ppm. En agua potable, la concentración promedio de níquel se ubica entre 2 a 4 ppm, sin embargo, cerca de las industrias con procesamiento o uso de níquel, los niveles de Ni en agua potable pueden ser mayores al promedio. ([Resumen de Salud Pública: Níquel \(Nickel\) | PHS | ATSDR, 2016](#)). se encuentra en la naturaleza principalmente en forma de minerales de sulfuro y laterita. Aunque no se encuentra tan abundantemente como el hierro o el aluminio, el níquel es un elemento crucial en numerosas aplicaciones industriales y tecnológicas. Una de las aplicaciones más conocidas del níquel es en la fabricación de aleaciones, especialmente en el acero inoxidable, donde proporciona resistencia a la corrosión y otras propiedades mecánicas deseables. Además, el níquel se utiliza en la producción de monedas, baterías recargables, catalizadores y dispositivos electrónicos, entre otros. Aunque el níquel es esencial para muchas industrias modernas, su extracción y procesamiento pueden plantear desafíos ambientales, especialmente en regiones donde se encuentra en grandes cantidades. La minería y la fundición de níquel pueden generar residuos y emisiones que afectan a los ecosistemas locales y la salud humana, lo que ha llevado a la implementación de prácticas más sostenibles y regulaciones más estrictas en la industria ([San Martín Riffo, J. E. 2019](#)), en la agricultura el Ni se puede encontrar en los fertilizantes o en las aguas residuales utilizadas para el riego, el Ni es un micronutriente esencial para las plantas, desempeñando funciones clave en su metabolismo. Aunque se requiere en cantidades muy pequeñas, su presencia es vital para diversos procesos fisiológicos como el metabolismo del

nitrógeno en las plantas como también en la tolerancia al estrés oxidativo, ayudando a las plantas a enfrentar condiciones adversas como sequías o altas temperaturas. (ICL LATAM. 2023). Los límites permisibles para descargas en agua residuales en ríos embalses naturales y artificiales aguas costeras y suelos y para uso agrícola, ([NOM-001-SERMARNAT-2021](#)) tiene un promedio diario de 4 miligramos por litro de un valor instantáneo.

#### 1.4 Plomo (Pb)

Es un metal pesado, de color azulado, que se empaña para adquirir un color gris mate. Es flexible, inelástico y se funde con facilidad a 327.4°C. Es relativamente resistente al ataque de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, pero se disuelve con lentitud en ácido nítrico. Tiene un comportamiento anfótero, reacciona con ácidos, formando sales ácidas, pero también bases, formando sales metálicas y óxidos. Industrialmente, sus compuestos más importantes son los óxidos de plomo y el tetraetilo de plomo, aunque también forma aleaciones con muchos metales como el estaño, cobre, arsénico, antimonio, bismuto, cadmio y sodio con gran importancia industrial. ([Prtr-España. \(s. f.-b\). Pb](#))

El plomo (Pb) se ha utilizado durante años debido a su resistencia a la corrosión, ductilidad, maleabilidad y facilidad para formar aleaciones. La fundición y el procesamiento de metales, así como el reciclaje de baterías ácidas de plomo, la minería a través de la disposición de jales mineros y la contaminación de la atmósfera causada por el uso de gasolinas con plomo son las principales fuentes de emisión de plomo al medio ambiente ([Mohammad et al., 2017](#)). Ha sido utilizado por el hombre desde la antigüedad. Se encuentra naturalmente en el suelo y proviene de minerales como la galena. Acero dulce, elaborado a partir de metales que tienen puntos de fusión, resistencia a la corrosión y capacidad de formar aleaciones. Por su toxicidad, su uso ha disminuido mucho por preocupaciones ambientales y de salud pública y ha llevado a medidas para reducir la exposición humana según la norma ([NOM-001-SERMARNAT-2021](#)), el límite permisible para su uso en actividades agrícolas como el riego es de 0.4 miligramo por litro de un valor instantáneo (Cedillo, E. J., Carrillo, F. R., & Soria, M. J. (2021)).

## Control de contaminación de agua en México.

Según la norma (NMX-051-SCFI- 2016), se puede conocer y controlar la cantidad de MP del entorno, esta norma mexicana establece el método de espectrofotometría de absorción atómica mediante atomización por flama, horno de grafito, generador de hidruros y vapor frío para medir metales disueltos, totales, suspendidos y extractables en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

### 1.5 Límites Permisibles de Contaminantes en Aguas Residuales

Según la NORMA Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021, que establece los límites de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación. En ríos, arroyos, canales, drenes, embalses, lagos, lagunas, zonas marinas mexicanas y suelos utilizados para riegos con aguas residuales, infiltración y otros tipos de riego, incluidos los kársticos. Que la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en su artículo 117 establece como criterios: que la prevención y control de la contaminación del agua es fundamental para evitar que se reduzca su disponibilidad y para proteger los ecosistemas del país, que las aguas residuales de origen urbano deben recibir tratamiento previo a su descarga en ríos, cuencas, vasos, aguas marinas y demás depósitos o corrientes de agua, incluyendo las aguas del subsuelo y que la participación y corresponsabilidad de la sociedad es condición indispensable para evitar la contaminación del agua. Asimismo, en su artículo 118 fracciones I y II se establece que los criterios referidos serán considerados en la expedición de normas oficiales mexicanas para el uso, tratamiento y disposición de aguas residuales, para evitar riesgos y daños a la salud pública.

La Norma Oficial Mexicana pretende establecer los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales, para proteger, conservar y mejorar la calidad de las aguas y bienes nacionales.

**Tabla 1.** Límites permisibles para Metales

Metal	Limite Permisible	Unidades
Níquel	2-4	mg/L
Plomo	0.2-1	mg/L

*Nota: Parámetros (miligramos por litro) de un valor instantáneo*

convencionales de tratamiento de aguas residuales (MCTAR) eliminan hasta el 50% de los metales presentes, dejando una carga metálica importante en el agua tratada, además de concentrar los metales removidos en las zonas de tratamiento. Los MCTAR se clasifican en tratamientos físicos: el compuesto no experimenta una transformación en su estructura, filtración por membrana (Kose-Mutlu, B., Hsu-Kim, H. y Wiesner, MR 2022); tratamientos químicos: generan un cambio químico en los compuestos, como son la precipitación química y fotocatalisis y tratamiento biológico: emplean microorganismos para la eliminación de los contaminantes como la fitorremediación (Rubio, DIC, Calderón, RAM, Gualtero, AP, Acosta, DR, & Sandoval, J. 2015).

#### 1.6.1 Proceso de Adsorción

El proceso de adsorción es un método de conversión de masa en el que se transfieren los residuos hacia los sitios activos presentes sobre el adsorbente usado a través de interacciones químicas o físicas. Por lo tanto, la adsorción es considerada como una de las principales técnicas para la remoción de metales pesados en aguas. Los materiales adsorbentes ampliamente utilizados en sistemas de adsorción han sido: i) carbón activado (Sun-Kou, O. P. A. 2014), ii) Hidrogeles (Burciaga-Montemayor, N. G., Claudio-Rizo, J. A., Cano-Salazar, L. F., Martínez-Luévanos, A., & Vega-Sánchez, P. 2020), iii) desechos agrícolas, cascarilla de arroz, (Roncal Solis, N. J., & Villanueva Guevara, C. 2021) y iv) cenizas volantes (Ortiz Medina, Ó. L., Agudelo Valencia, R. N., & Gutiérrez Camargo, N. 2018)

#### 1.7 Hematita

Los óxidos de hierro, por su distribución en la naturaleza, son de los compuestos más abundantes en la corteza terrestre y que pueden sintetizarse fácilmente a nivel

laboratorio. Su presencia, derivada de la erosión de rocas magnéticas en la superficie terrestre, ha permitido su aplicación y estudio en diversas disciplinas como la industria química, ambiental y medicina. Además, destacan como adsorbentes en el grupo de metales pesados, que se encuentran en estructuras naturales como: la magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), la maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) y la hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) siendo las más comunes (**Figura 1.**) (Cornell & Schwertmann, 2006).

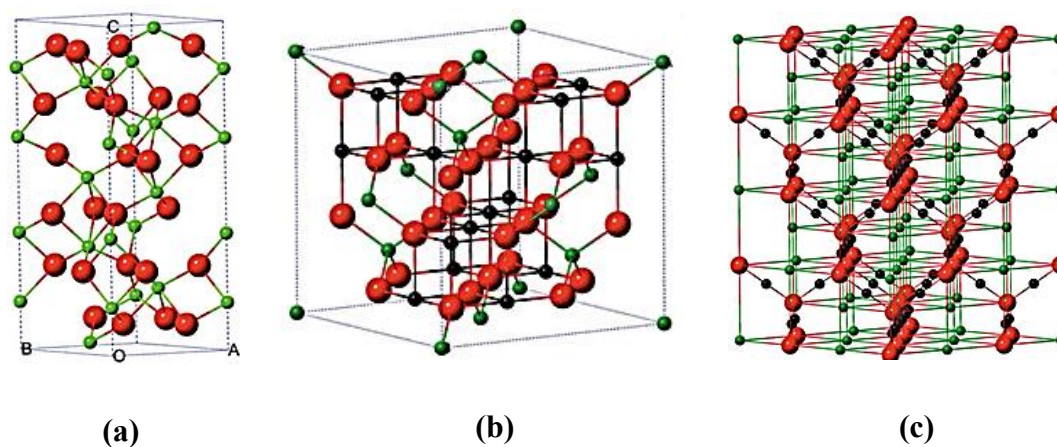


Figura 1. Estructura cristalina de los óxidos de hierro. a) hematita, b) magnetita y c) maghemita. (Fuente: W. Wu et al., 2015)

La mayoría de los óxidos de hierro son cristalinos, pero el tamaño de partícula y morfología dependen de la síntesis con la que se obtuvieron. La hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), también llamada óxido férrico, es el óxido de hierro más antiguo. Se caracteriza por presentar un tono rojo sangre cuando está finamente dividida y un color negro o gris en su forma cristalina. Su estructura es hexagonal, con átomos de óxido que se encuentran unidos a cationes en una coordinación octaédrica (Figura 2). La hematita exhibe propiedades antiferromagnéticas, pero puede volverse paramagnética al calentarse por encima de su temperatura de Curie, que es de 956 K (Teja & Koh, 2009).

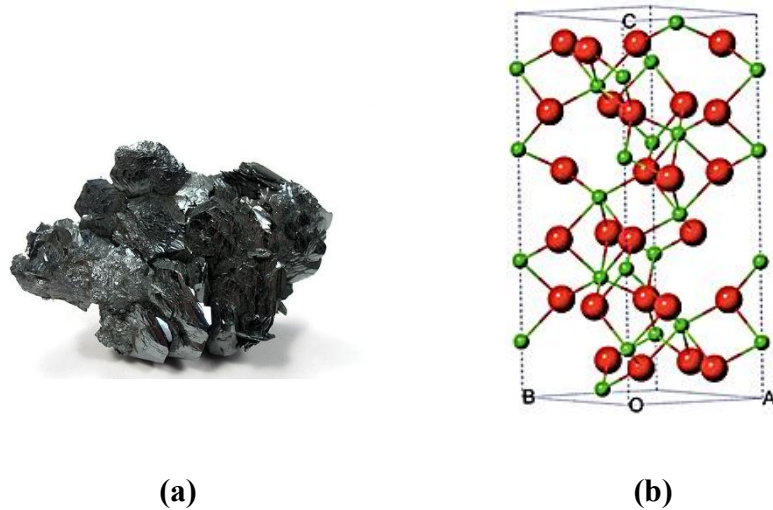


Figura 2. a) Forma natural de hematita, b) Estructura cristalina de hematita. (Fuente: W. Wu et al., 2015)

El comportamiento magnético de la hematita se basa en la cristalinidad, el tamaño de las partículas, la estructura de las subpartículas, la morfología, así como las interacciones dipolo-dipolo y el intercambio de interacciones (Tadić *et al.*, 2019). Además de ser la fase termodinámicamente más estable del óxido de hierro, es uno de los óxidos metálicos más usados para el tratamiento del agua, así como una variedad de aplicaciones científicas e industriales.

Su síntesis se ha reportado por diferentes métodos; entre ellos el método de combustión, que implica una reacción química exotérmica entre las sales metálicas y el combustible adecuado. (Pabón, S. E., Benítez, R., Sarria, R. A., & Gallo, J. A. 2020)

### 1.8 Métodos de síntesis de hematita

En las últimas décadas se han fabricado nanomateriales simples y complejos desarrollados con diferentes metodologías de preparación para obtener hematita, como el método sol-gel, el método hidrotermal, el método de descomposición térmica y el método de combustión que se describen a continuación.

### 1.8.1 Sol-Gel

El método sol-gel, ha sido utilizado desde 1846 para la producción de materiales cerámicos y óxidos metálicos de alta pureza y homogeneidad, está basado en la hidroxilación y condensación de moléculas precursoras en solución, produciendo un “sol” de partículas nanométricas que son secadas mediante extracción con un solvente o mediante una reacción química para obtener sistemas tridimensionales de óxidos metálicos (Murty *et al.*, 2013). Por otra parte, las propiedades del “gel” dependen en gran medida de la estructura que se forma durante el proceso de secado; el solvente utilizado con frecuencia en este tipo de reacciones es el agua, pero los precursores también pueden ser hidrolizados por un ácido o una base. Sin embargo, la desventaja más notable en este tipo de síntesis es el alto costo en los precursores.

### 1.8.2 Síntesis Hidrotermal

La síntesis hidrotermal es un método para cristalizar una solución a altas temperaturas y presiones (Muhajir *et al.*, 2019a). Este método produce nanoestructuras de hematita con una variedad de morfologías, como agujas de nanobarras, estructuras en forma de flor, microcubos, nanobarras y nanopartículas. Generalmente, este proceso comienza con la preparación de una solución que contiene precursores, estabilizadores y desionización del agua como disolvente.

### 1.8.3 Descomposición Química

El proceso de descomposición térmica se ha considerado como uno de los métodos efectivos y actuales para la producción de nanopartículas de óxido de hierro, superparamagnéticas de alta calidad dentro de los métodos actualmente desarrollados para la obtención de nanopartículas de óxido de hierro superparamagnéticas de alta calidad. Esta técnica implica la descomposición de precursores organometálicos en un disolvente no polar mediante reacciones que ocurren a temperaturas superiores a los 200 °C, conduciendo a la formación de nanopartículas de óxido de hierro y su formación consiste principalmente de dos etapas. En la primera fase, el fenómeno de nucleación ocurre cuando la temperatura llega a los 200 °C obteniendo cristales semillas. La siguiente etapa comienza cuando la

temperatura de ebullición del disolvente utilizado se logra alcanzar, presentando el crecimiento de los núcleos (Maity *et al.*, 2009).

#### 1.8.4 Combustión

El proceso de combustión en estado sólido fue descubierto por (Munir *et al.* 1967) y popularizándose como una forma eficiente de síntesis alternativa a las vías convencionales. La síntesis por combustión es un método rápido, confiable y efectivo para hacer polvos de materiales como cerámica, metal, vidrio y cemento. Esta técnica es autosostenida y utiliza el calor liberado por los reactivos en la reacción como fuente de energía.

En algunas circunstancias, el proceso debe activarse porque la entalpía de la reacción de síntesis no es suficiente para que se autopropague. Una de las muchas formas en que se puede lograr este objetivo es agregar un combustible que pueda oxidarse mediante la utilización de reactivos de síntesis. Para el caso de la obtención de óxido de hierro particularmente resulta un proceso interesante debido a su capacidad para producir nanopartículas con propiedades magnéticas y optoelectrónicas específicas.

La elección del combustible es crucial debido a que la exotermicidad de la combustión varía según el combustible utilizado, alterando las características de los productos resultantes. Entre los combustibles más comunes están el tetraformato de triazina (TFTA,  $C_4H_{16}N_6O_2$ ), la hidrazida maleica ( $C_4H_4N_2O_2$ ), la carbohidrazida ( $CO(N_2H_3)_2$ ), el ácido cítrico ( $C_6H_8O_7H_2O$ ) y la urea ( $CON_2H_4$ ), el poder reductor de cada uno de estos compuestos y la cantidad de gases liberados durante la combustión son los factores que determinan las condiciones de reacción, la morfología y la composición de los productos obtenidos. Los nitratos hidratados son utilizados con frecuencia debido a su fuerte carácter oxidante que ayuda a superar la barrera de energía de activación de la reacción. Además, funden a bajas temperaturas, lo que garantiza una mezcla homogénea a una temperatura inferior a la de descomposición del combustible (Sandoval *et al.*, 2008)

## 1.9 Formas de caracterización de Hematita

### 1.9.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Por sus siglas en inglés Scanning Electron Microscopy) es una técnica ampliamente utilizada para analizar la topografía, estructura y composición de diversos materiales. Gracias a su alta resolución, capacidad de aumento y la posibilidad de adaptarse a distintas condiciones experimentales (como ambientes térmicos o corrosivos), se ha convertido en una herramienta esencial en múltiples áreas de investigación. Entre sus aplicaciones más comunes se encuentran el estudio de semiconductores, nanopartículas, modificación de productos comerciales, catálisis heterogénea, dispositivos con uniones p-n, películas delgadas, nanocompuestos y procesos fotoelectroquímicos.

A grandes rasgos, un microscopio SEM permite obtener imágenes detalladas de una muestra, aunque técnicamente no capta fotones como ocurre en la microscopía óptica. En su lugar, detecta la respuesta del material al impacto de un haz de electrones de alta energía (conocidos como electrones primarios). Al interactuar con la muestra, este haz genera diferentes señales que son recogidas por detectores especializados. Cada una de estas señales proporciona información específica, como la topografía superficial, la composición química o incluso la conductividad eléctrica del material analizado.

Para formar una imagen, el sistema mueve el haz de electrones a lo largo del plano deseado (gracias a componentes ópticos y electrónicos) de manera controlada, escaneando la superficie de la muestra punto por punto. (Clavijo, J. 2013).

### 1.9.2 Difracción de rayos X (DRX).

Los métodos difractométricos se basan en cómo la materia cristalina interactúa con ciertos tipos de radiación, provocando fenómenos de difracción. Dependiendo del tipo de radiación utilizada como rayos X, electrones o neutrones existen diferentes técnicas, pero la más común y versátil es la difracción de rayos X (DRX).

Los rayos X forman parte del espectro electromagnético y se encuentran entre la radiación ultravioleta y los rayos gamma. Una de sus principales características es que

pueden atravesar materiales opacos a la luz visible, lo que los hace especialmente útiles en el análisis de estructuras. Los cristalógrafos Laue y Ewald descubrieron que los cristales podían actuar como una especie de “rendija” para los rayos X, ya que el espacio entre sus planos atómicos es similar a la longitud de onda de esta radiación. Por eso, cuando los rayos X interactúan con un material cristalino, pueden producirse fenómenos de difracción.

Cuando un haz de rayos X incide sobre un cristal, estos rayos se reflejan en los diferentes planos de la red cristalina, provocando dispersión. La interacción entre estos rayos genera interferencias, que suelen ser destructivas, pero en ciertas direcciones se producen interferencias constructivas, es decir, coincidencias entre ondas que refuerzan la señal. Este fenómeno es precisamente lo que se conoce como difracción.

Por ejemplo, si el desfase entre dos rayos es igual a media longitud de onda, las ondas se cancelan entre sí (interferencia destructiva). Pero si el desfase corresponde a una longitud de onda completa o a un múltiplo de esta, se produce una interferencia constructiva, lo que permite detectar patrones que revelan la estructura interna del cristal. (Pérez-Monserrat, E. M. 2012)

#### 1.10 Formas de medición de metales pesados en agua

Existen diversos métodos analíticos desarrollados para la medición de estos contaminantes, cada uno con características específicas en cuanto a sensibilidad, precisión, costo y aplicabilidad.

##### 1.10.1 Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA)

Es una técnica analítica ampliamente utilizada para la determinación de metales, semimetales y algunos no metales en diversas matrices, especialmente en estudios ambientales. Su principio se basa en la capacidad de los átomos, en estado libre, de absorber radiación electromagnética en longitudes de onda específicas, lo que permite su identificación y cuantificación. Cuando un elemento se encuentra atomizado, absorbe energía lumínica correspondiente a su longitud de onda característica, promoviendo la transición de los electrones desde un estado fundamental a uno excitado. La cantidad de

energía absorbida es proporcional al número de átomos presentes en la trayectoria del haz de luz.

Para cuantificar un analito, la señal obtenida se calibra utilizando soluciones patrón con concentraciones conocidas, generando así una curva de absorción frente a concentración que permite determinar la cantidad del elemento en la muestra desconocida.

Los componentes principales de un sistema AAS son:

#### 1.10.2 Fuente de radiación (lámpara)

Generalmente se utiliza una lámpara de cátodo hueco (Hollow Cathode Lamp, HCL), diseñada específicamente para emitir la radiación del elemento de interés. Estas lámparas suelen estar dedicadas al análisis de un único elemento, aunque existen versiones multielemento con capacidad limitada.

Lámpara de descarga sin electrodos (Electrodeless Discharge Lamp, EDL) Contiene una pequeña cantidad del metal de interés en estado gaseoso, excitado mediante una descarga de radiofrecuencia o microondas, en lugar de un cátodo sólido. Reduce líneas espectrales más intensas que las HCL, lo que mejora la sensibilidad.

Atomizador: Su función es transformar la muestra líquida en átomos libres capaces de interactuar con la radiación incidente. Existen tres tipos principales:

Espectroscopia de absorción atómica con llama (FAAS): Utiliza una mezcla de gases combustibles (acetileno, aire o óxidos de nitrógeno) para generar una llama que atomiza la muestra.

Espectroscopia de absorción atómica con horno de grafito (GFAAS): Emplea un horno electrotérmico que permite la detección de concentraciones más bajas, con mayor sensibilidad que la técnica con llama.

Monocromador: Selecciona la longitud de onda específica correspondiente al elemento que se desea analizar, eliminando interferencias provenientes de otras radiaciones.

Detector: Mide la cantidad de radiación absorbida por los átomos libres en la muestra. Esta señal es convertida en una lectura cuantitativa que, tras la calibración, permite conocer la concentración del elemento presente.

Gracias a su alta sensibilidad, especificidad y capacidad para analizar metales en trazas, la EAA se ha consolidado como una técnica fundamental en el monitoreo de contaminantes en agua, suelos y otros sistemas ambientales. (Pérez Esteve, E., & Gómez Llorente, H. 2020).

# CAPÍTULO II

## Metodología

Para cumplir con los objetivos planteados en este trabajo de investigación, se decidió dividir el trabajo en 2 etapas:

**ETAPA I.** Síntesis de hematita ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) mediante un proceso de combustión de Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> \* 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O y su caracterización morfológica, estructural y composicional.

**ETAPA II.** Estudio de la capacidad de adsorción de Ni y Pb en  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> monitoreada por espectroscopia de Absorción Atómica (EAA)

A continuación, se describe detalladamente cada una de las etapas.

2.1 ETAPA I. Síntesis de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mediante un proceso de combustión de Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> \* 9H<sub>2</sub>O Y CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O y su caracterización morfológica, estructural y composicional.

Los reactivos que se utilizaron para la síntesis de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por proceso de combustión se enlistan en la **Tabla 2**.

*Tabla 2. Reactivos utilizados en la síntesis de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.*

Fórmula	Nombre	Pureza	Marca
Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> * 9H <sub>2</sub> O	Nitrato de hierro (III) noahidratado	98 %	Sigma -Aldrich
CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O	Urea	-	J. T. Baker
Agua tridestilada	Agua tridestilada		
HNO <sub>3</sub>	Ácido nítrico	70 %	Meyer
Ni	Solución de níquel	-	J. T. Baker
Pb	Solución de plomo estándar	-	Fluka Analytical

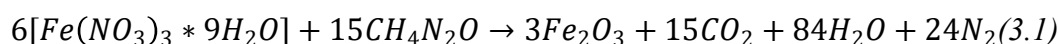
*Nota: Pureza y marca de los reactivos se incluyen.*

Cabe mencionar que se utilizó cristalería grado A y agua tridestilada, durante la parte experimental.

### 2.1.1 Síntesis de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) por proceso de combustión de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$

#### 2.1.1.1 Reacción química para la producción de hematita

A continuación, se presenta la reacción balanceada de hematita utilizando como reactantes  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}:\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  [A. A. Alil (2020)]



Durante la producción de hematita se producen  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{N}_2$  como subproductos de reacción.

#### 2.1.1.2 Cantidad de hematita producida a partir de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$

de las reacciones 1.5, 2.5 y 3.5 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  a partir de la ecuación. (3.1)

En la **Tabla 3** se presenta la cantidad de masa requerida de reactantes y productos de la reacción de la ecuación. (3.1) a diferentes concentraciones de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .

**Tabla 3.** Cantidad de masa requerida de reactantes y productos de la reacción de la ecuación. (1) a diferentes concentraciones de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .

<b>Reactivos (g)</b>		<b>Productos (g)</b>			
$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CO}_2$	$\text{H}_2\text{O}$	$\text{N}_2$
1.5	0.55	0.2969	0.4084	0.9354	0.4157
2.5	0.92	0.4944	0.6711	1.5372	0.6924
3.5	1.30	0.6928	0.9524	2.183	0.9702

*Nota: Los subproductos de reacción se calcularon con la ecuación. 3.1.*

En la **Tabla 4** se presenta la cantidad de masa requerida de reactantes y productos de la ecuación de la ecuación. (3.1) utilizando como reactante 1 gr de urea.

**Tabla 4.** Cantidad de masa requerida de reactantes y productos de la reacción de la ecuación. (1) utilizando como reactante 1 gr de urea.

<b>Reactivos (gr)</b>	<b>Productos (gr)</b>
-----------------------	-----------------------

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CO}_2$	$\text{H}_2\text{O}$	$\text{N}_2$
<b>2.6825</b>	<b>1</b>	0.5312	0.7305	1.67328	0.7439
<i>Nota: Los subproductos de reacción se calcularon con la ecuación. 3.1.</i>					

De acuerdo con los valores registrados en la **Tabla 1**, al reaccionar  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}:\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  en: 1:1.5 m/m el reactivo limitante es el  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , 2.5:1 m/m los reactantes se consumen casi en su mayoría y 1:3.5 m/m el reactivo limitante es la  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  ya que presenta un exceso de nitrato de hierro.

En base a esta literatura se propuso un protocolo para la síntesis de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ : proceso de combustión de precursores que contengan Fe.

Los polvos de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  se obtuvieron mediante un proceso de combustión de sales de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ , para esto:

1. 1.5 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y 1 g de  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  se disolvieron en 5 mL de agua tridestilada.
2. La solución de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} / \text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  se calentó a 75 °C por 40 minutos, sin agitación.
3. Para remover las sales de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  que no reaccionaron y el exceso de agua, la mezcla de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} / \text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  fue tratado térmicamente a 750 °C por 5 minutos en una mufla (modelo HM-AU). La mezcla resultante es de color marrón oscuro y corresponde al  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .
4. Los polvos de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  se almacenaron en cajas pomaderas de plástico en obscuro hasta su caracterización.

Un conjunto de 3 muestras de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se sintetizaron con el procedimiento descrito anteriormente. Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> \* 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O en cada una de las muestras se varió en proporciones 1.5:1, 2.5:1, 3.5:1, m/m. La masa (g) de los precursores se listan en la **Tabla 5**.

*Tabla 5. Masa (g) de Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> \* 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O.*

<b>Muestra</b>	<b>Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> * 9H<sub>2</sub>O (g)</b>	<b>CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O (g)</b>
<b>1</b>	1.5	1
<b>2</b>	2.5	1
<b>3</b>	3.5	1
<i>Nota: Las tres muestras fueron sintetizadas con el mismo método (combustión de Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> * 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O).</i>		

### 2.1.2 Caracterización de $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: SEM, DRX.

La evidencia física de la síntesis de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y su calidad (morfológica, estructural y composicional) se determinó por SEM y espectroscopias de DRX:

- Microscopia electrónica de barrido (SEM), por sus siglas en inglés *scanning electron microscopy*) se utilizó para determinar la morfología superficial: forma y tamaño de los polvos de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- La técnica de difracción de rayos X (DRX), por sus siglas en inglés X-ray Diffractometers) se utilizó para la identificación de las formas cristalinas adoptadas para cada una de las muestras.

## 2.2 ETAPA II. Estudio de la capacidad de adsorción de Ni y Pb en $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mediante la técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA)

Después de haber sintetizado y caracterizado los polvos de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, se ocuparon como materiales absorbentes de Ni y Pb en solución vía absorción heterogénea y monitoreada por EAA.

A continuación, se describe detalladamente el proceso de adsorción de Ni y Pb en hematita vía adsorción heterogénea y su monitoreo por EAA.

### 2.2.1 Preparación y proceso de absorción de Ni en hematita

1. Se preparó 250 mL de solución de Ni de concentración 10 ppm, la solución estándar de Pb para Absorción Atómica Perkin Elmer, CAS 7697-37-2.

2. La solución de Ni se transfirió cuidadosamente a un reactor enchaquetado acoplado a un equipo de recirculación marca Polyscience modelo 9106A12E.
3. Posteriormente, 0.2 g del material adsorbente ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) se agregó a la solución de Ni.
4. La mezcla en el reactor se mantuvo a 30 °C, con agitación.
5. Se tomaron alícuotas de 10 mL en los siguientes intervalos de tiempo: 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120 y 180 minutos.

#### 2.2.2 Preparación y proceso de absorción de Pb en hematita

1. Se preparó 250 mL de solución Pb de concentración 10 ppm, con la solución estándar de Ni para absorción atómica HYCEL.
2. La solución de Pb se transfirió cuidadosamente a un reactor enchaquetado acoplado a un equipo de recirculación marca Polyscience modelo 9106A12E.
3. Posteriormente, 0.2 g del material adsorbente ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) se agregó a la solución de Pb.
4. La mezcla en el reactor se mantuvo a 30 °C, con agitación.
5. Se tomaron alícuotas de 10 mL en los siguientes intervalos de tiempo: 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120 y 180 minutos.

Este proceso se realizó para las 3 muestras sintetizadas de hematita siendo nuestro material adsorbente dándonos en un total de 27 muestras de Níquel y 27 muestras de Plomo.

En el siguiente apartado se mostrará el Monitoreo de la capacidad de adsorción de Ni y Pb en hematita por Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA).

#### 2.2.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Los requerimientos que el equipo de EAA utiliza para poder medir una muestra, son muy específicos dependiendo de donde provengan. De acuerdo con el manual Atomic

Absorpcion spectroscopy Analytical Metbods Perkin Elmer, una muestra liquida, solución acuosa con sólidos suspendidos, se tiene que realizar una digestión acida antes de su análisis en EAA.

Para esto:

- 1.-El conjunto de alícuotas de Ni y Pb de 10 mL se le agrego 1 mL de HNO<sub>3</sub>[7697-37-2], Perkin Elmer
- 2.- El conjunto de alícuotas de con el ácido previamente agregado y la solución blanco (10 mL de agua Tridestilada y 1 mL de HNO<sub>3</sub>) se calentaron en una autoclave a 15 psi por 15 minutos.
- 3.- Posteriormente, se dejaron enfriar hasta temperatura ambiente.
- 5.- Cada una de las alícuotas se almacenaron en viales esterilizados.

#### 2.2.4 Curvas de calibración

Basados en la norma NOM-001-SERMARNAT-2021: la cantidad máxima permitida de plomo en ríos y arroyos es de 0.4 mg/L de Plomo y un máximo de 4 mg/L Níquel. Para cuantificar el plomo y el Níquel por Adsorción atómica se realizó una curva de calibración de Plomo y de Níquel de 0.1 ppm a 2 ppm.

Tomando como referencia una solución madre, original o inicial el estándar de plomo (1000 µg/L, en HNO<sub>3</sub>, HNO<sub>3</sub> [7697-37-2], Perkin Elmer estándar) y la estándar de níquel (1000 µg/L, en HNO<sub>3</sub>, HNO<sub>3</sub> [7697-37-2], Perkin Elmer estándar).

La curva de calibración se realizó aplicando la ecuación. de disoluciones ( $C_1V_1 = C_2V_2$ ) colocando el volumen de la solución estándar para cada metal indicados en la tabla 6.

*Tabla 6. Alícuotas para curva de calibración.*

Concentraciones (ppm)	Volumen adicionado de la solución estándar
-----------------------	--

(mg/L)	
0.2	0.1
0.4	0.2
0.6	0.3
0.8	0.4
1	0.5
2	1

Cada una de las curvas de llevo al aforo a 25 mL con la solución blanco de HNO<sub>3</sub> al 1%.

#### 2.2.5 Medición de Muestras

1. Encender el equipo
2. Colocar la lámpara del metal de interés
3. Programar la lámpara correspondiente
4. Ingresar los parámetros de la Curva de calibración
5. Encender la Llama
6. Medir las 5 soluciones estándar de la curva de calibración
7. Verificar la curva de calibración en el equipo
8. Una vez verificado ajustar a 0 con la muestra blanco
9. Medir cada una de las muestras
10. Recabar los datos proporcionados de absorbancia o mg/L

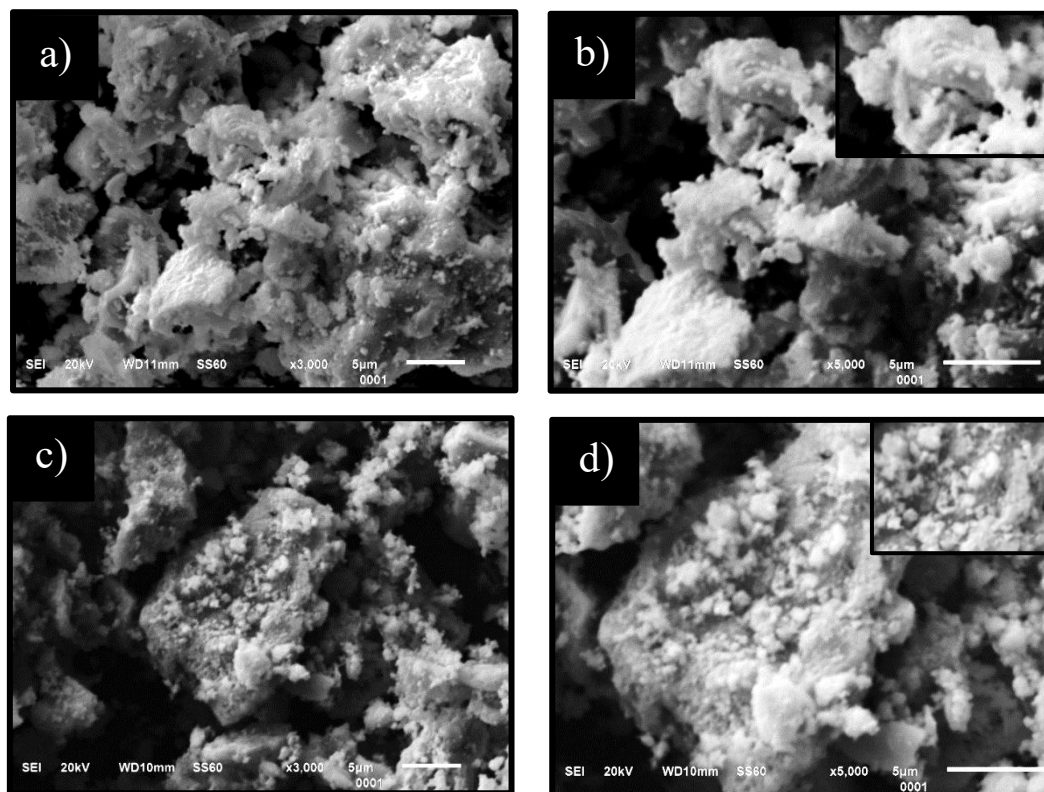
# CAPÍTULO III

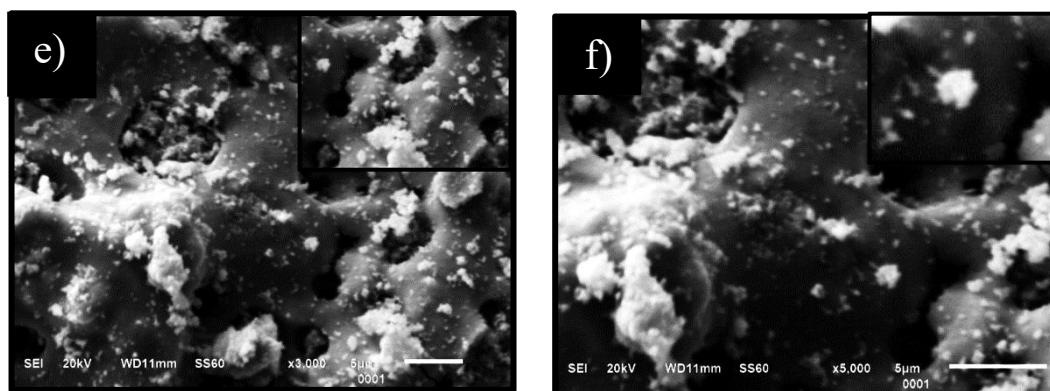
## DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 3.1 Caracterización de hematita Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Difracción de rayos X (DRX).

#### 3.1.1 Caracterización por Microscopía electrónica de barrido (SEM).

En la **Figura 3** se muestran las micrografías SEM de los polvos de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  sintetizados en proporciones de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ : 1.5:1, 2.5:1, 3.5:1, m/m. Las micrografías se obtuvieron a través de un microscopio electrónico de barrido, JEOL-CARY ECLIPSE 5050 con accesorio de dispersión de energía (EDS). Las micrografías en la **Figura 3** se tomaron a: **a, c y e** 3000X y **b, d y f** 5000X.



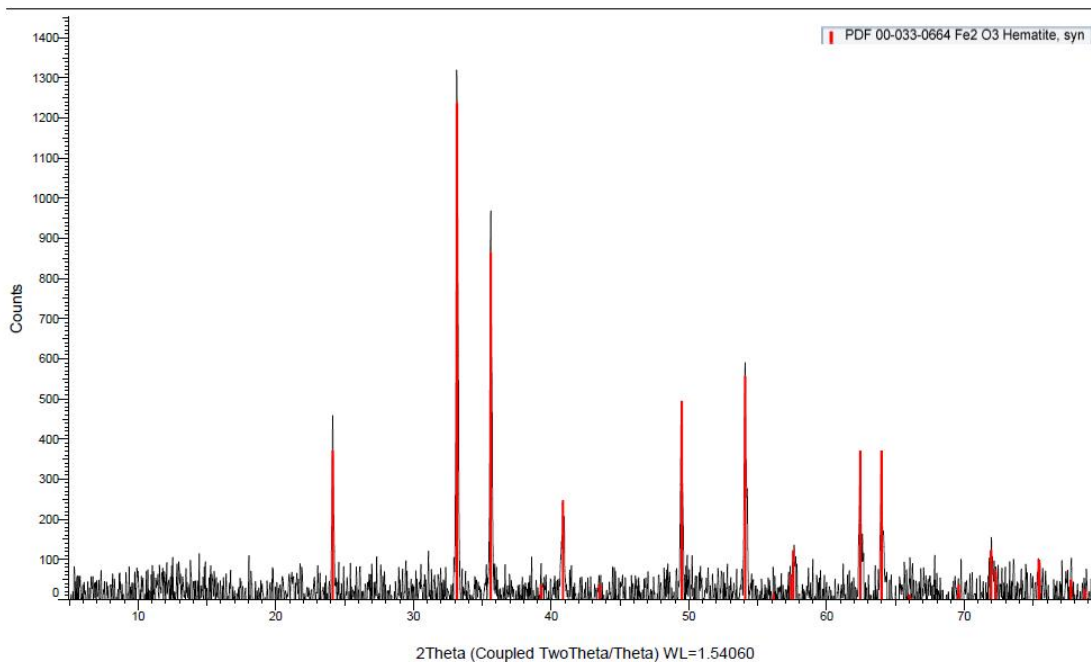


**Figura 3.** Micrografías SEM de polvos de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3/\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ : **a, b** 1:1, **c, d** 1:2 y **e, f** 1:4, m/m tomadas a 3000X y 5000X (X=amplificación).

En la **Figura 3. a y b** se muestra la micrografía SEM de los polvos de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  en proporción de 1.5:1 m/m. En esta micrografía se presenta una superficie rugosa cubierta por partículas irregulares que se asemejan a rocas o granos en diferentes tamaños y formas. Se observan dos zonas en diferente tonalidad: las zonas claras muestran el exceso de  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  debido a que no ha reaccionado completamente a diferencia de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , como se registra en la **Tabla 1** observado en las zonas oscuras y porosas (ver **Figura 3. b**).

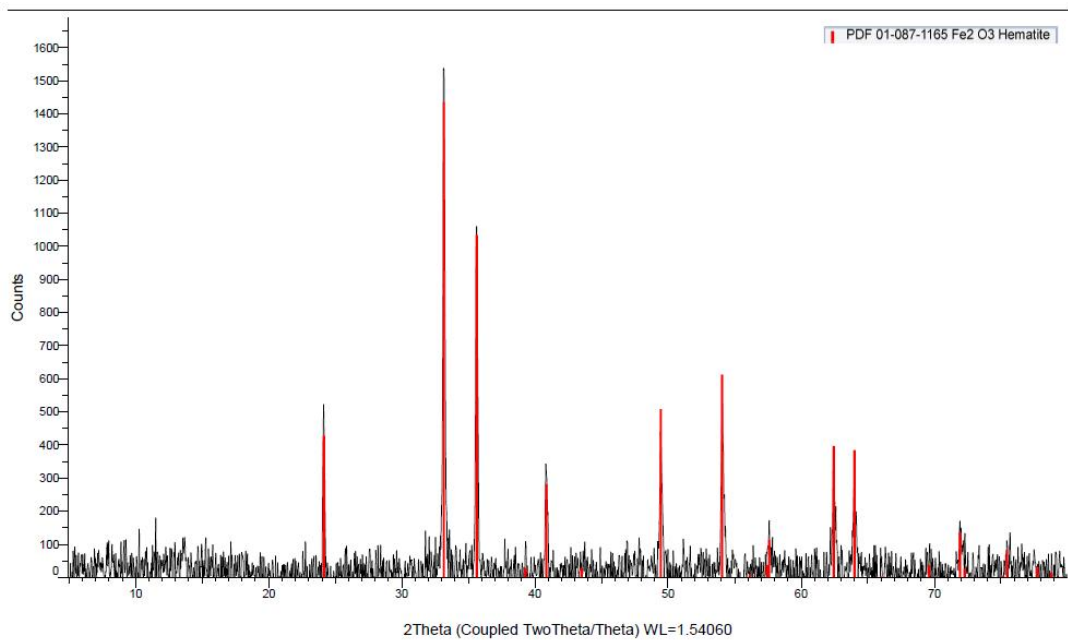
En la **Figura 3. c** se muestra la micrografía SEM de los polvos de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  en proporción de 2.5:1 m/m. Se puede apreciar más zonas porosas que zonas oscuras y zonas claras, considerando el tipo de estructura que se considera que tienen los polvos de hematita en la micrografía: se puede observar que tiene una estructura cristalina hexagonal, y en forma de trigonales planos. La estructura de riñón o botrioidal como en la **Figura 3. d** En la **Figura 3. e** a 3000X, se puede apreciar más zonas oscuras que zonas porosas y zonas claras, esto nos indica que hay un exceso de nitrato de hierro sin reaccionar en la muestra. En la micrografía de la **Figura 3. f** a 5000X, se puede apreciar una amplificación de la imagen **e**, en la cual se ve con más detalle el exceso de nitrato de hierro y una pequeña parte de urea.

### 3.1.2 Caracterización por Difracción de rayos X (DRX).



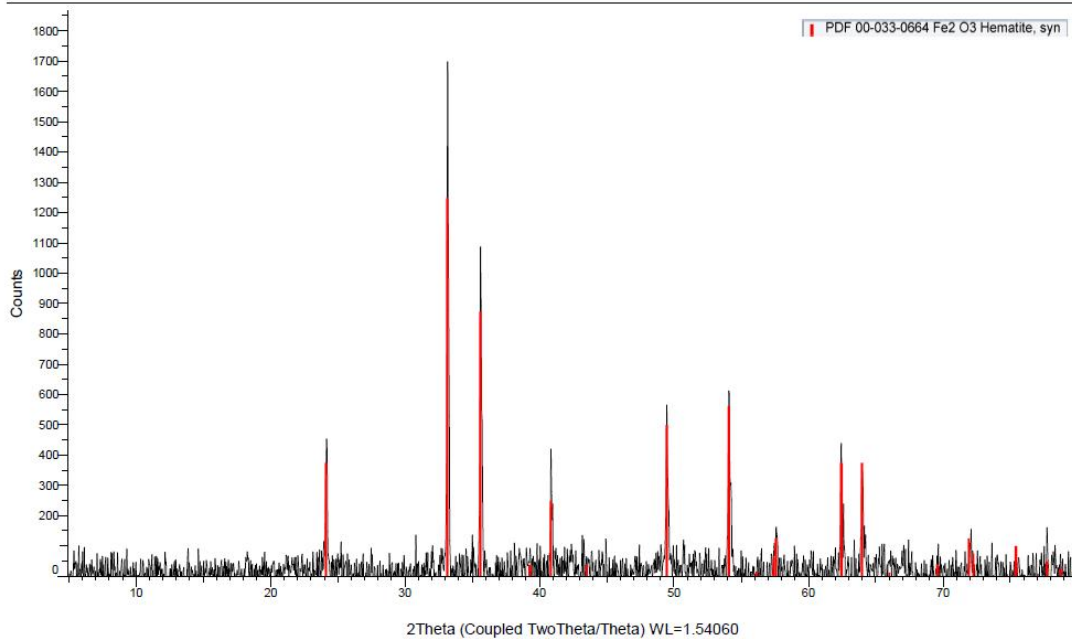
Grafica 1 Difractograma de hematita relación 1.5:1 m/m

En el difractograma 1.5:1 se identifican las fases correspondientes a hematita ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) utilizando la base de datos PDF 00-033-0664. Los picos principales se observan en las posiciones de **20 a 33.1°**, **35.6°**, **40.9°**, **49.5°** y **54.1°**, que coinciden con los planos cristalográficos (104), (110), (113), (024) y (116), respectivamente. La presencia de estos picos indica una **crystalinidad bien definida** y confirma la formación de hematita pura.



Grafica 2 Difractograma de hematita relación 2.5:1 m/m

En el difractograma 2.5:1 se muestran las principales fases de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), con patrones de difracción que coinciden con el estándar PDF 00-033-0664. Los picos se encuentran en posiciones  $2\theta$  similares a las del primer difractograma, incluyendo  $33.1^\circ$ ,  $35.6^\circ$ ,  $40.9^\circ$  y  $49.5^\circ$ , correspondientes a los planos (104), (110), (113) y (024), respectivamente. Este patrón de difracción refuerza la idea de que el tratamiento térmico aplicado fue adecuado para la formación de hematita con una buena calidad cristalina. La **ausencia de fases adicionales** reafirma que el material sintetizado está compuesto casi en su totalidad por hematita pura, con una estructura romboédrica bien definida

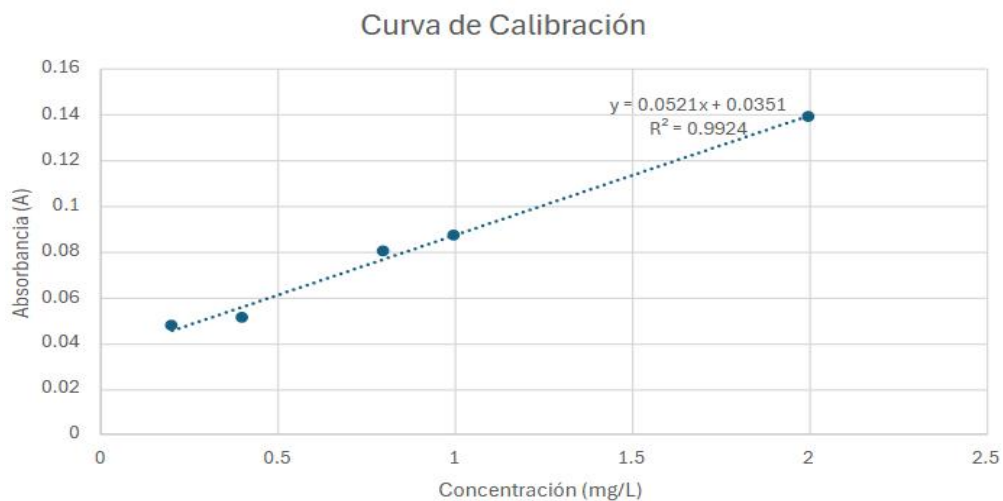


Grafica 3 Difractograma de hematita relación 3.5:1 m/m

El tercer difractograma 3.5:1 se comparó con la base de datos PDF 00-033-0664, confirmando la presencia de hematita ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Los picos observados en las posiciones **24.1°**, **33.1°**, **35.6°**, **40.9°**, **49.5°** y **54.1°** coinciden con los planos cristalográficos (012), (104), (110), (113), (024) y (116), respectivamente. La buena **crystalinidad** del material calcinado se evidencia en la alta intensidad de los picos, lo que indica que la estructura del óxido de hierro está bien definida. Este patrón confirma que el material fue adecuadamente sintetizado bajo condiciones controladas, permitiendo la obtención de hematita con una estructura romboédrica pura, sin la presencia de otras fases intermedias. La calidad del material es consistente con lo que se espera en óxidos metálicos preparados con procesos de sinterización efectivos .

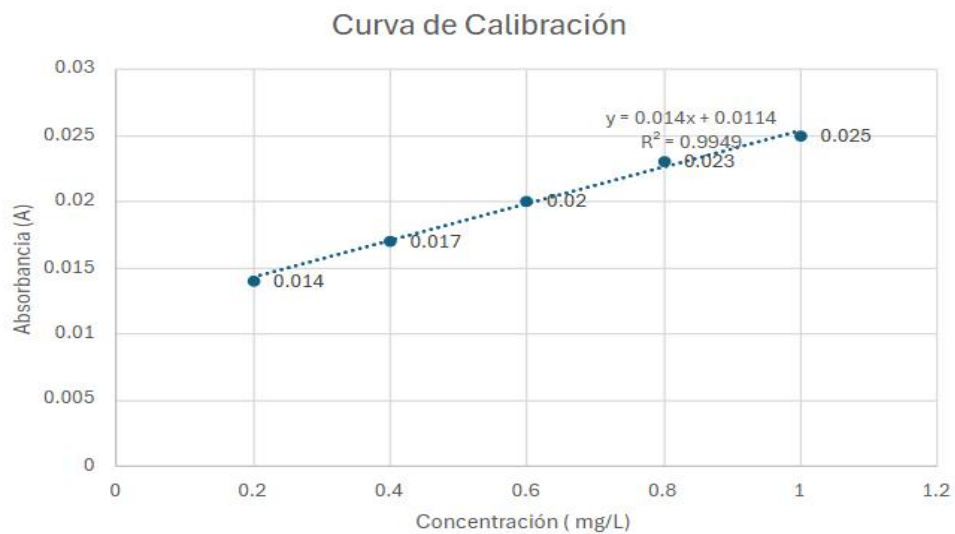
### 3.2 Curvas de calibración

#### Curva de calibración de Ni



Gráfica 4: Curva de Calibración de níquel.

#### Curva de calibración de Pb



Gráfica 5 Curva de Calibración de Plomo.

### 3.3 Resultados de las concentraciones finales en las muestras de agua con contaminación inducida

#### 3.3.1 Relación de 1.5:1 de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .

##### Níquel

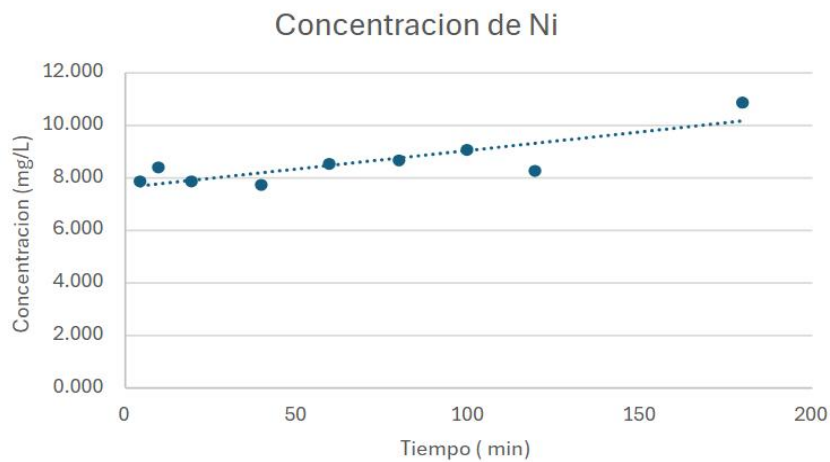
En las concentraciones finales de Níquel se puede observar que de 10 ppm disminuyo a un rango de 8.252 mg/L a 9.890 mg/L. Por lo que se considera que esta relación de polvos de hematita ayuda a reducir los niveles de níquel, pero no de manera muy poco satisfactoria ya que se esperaba reducir un 80 % de la concentración de níquel, y al considerar el tiempo de contacto con el adsorbente se puede observar que no tiene una variación marcada de acuerdo con este, se mantiene en un rango mínimo y tiene una mínima adsorción.

*Tabla 7. Concentración final (mg/L) de Níquel.*

Tiempo (min)	Muestras	Concentración (mg/L)
5	Ni1	7.830
10	Ni2	8.393
20	Ni3	7.830
40	Ni4	7.727
60	Ni5	8.522
80	Ni6	8.630
100	Ni7	9.090
120	Ni8	8.252
180	Ni9	9.890

Nota: Síntesis de Hematita relación de 1.5:1 de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .

Plomo



Gráfica 6: Concentración de níquel final contra tiempo, relación 1.5:1 Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>\* 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub> N<sub>2</sub>O.

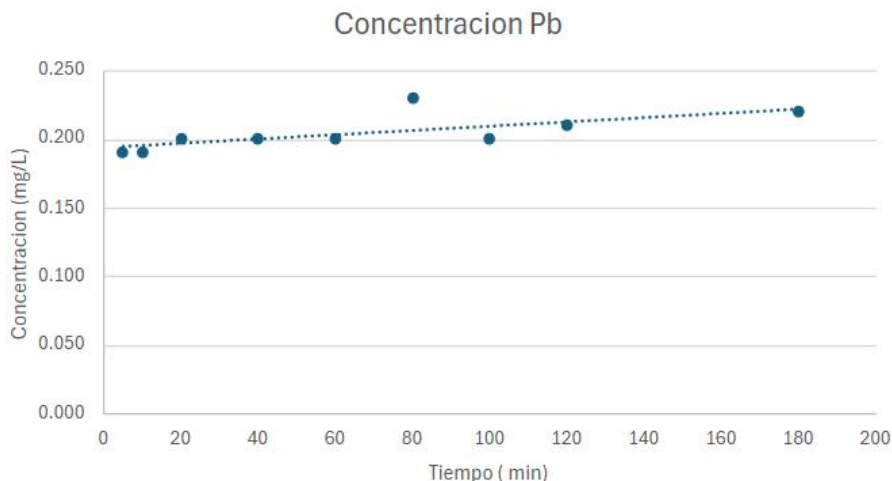
En las concentraciones finales de Plomo se puede observar que de 10 ppm disminuyo a un rango de 0.190 mg/L a 0.230 mg/L. Por lo que se considera que esta relación de polvos de hematita si ayuda a reducir los niveles de plomo de manera satisfactoria ya que se redujo en el rango dentro de los límites permisibles.

Plomo se esperaba reducir un 90 % de la concentración, y al considerar el tiempo de contacto con el adsorbente se puede observar que no tiene una variación marcada de acuerdo con este, se mantiene en un rango mínimo.

**Tabla 8.** Concentración final (mg/L) de Plomo.

Tiempo (min)	Muestras	Concentración (mg/L)
5	Pb 1	0.190
10	Pb 2	0.190
20	Pb 3	0.200
40	Pb 4	0.200
60	Pb 5	0.200
80	Pb 6	0.230
100	Pb 7	0.200

120	Pb 8	0.210
180	Pb 9	0.220
Nota: Síntesis de Hematita relación de 1.5:1 de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .		



Gráfica 7: Concentración final de plomo contra tiempo final contra tiempo, relación 1.5:1  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .

### 3.3.2 Relación de 2.5:1 de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .

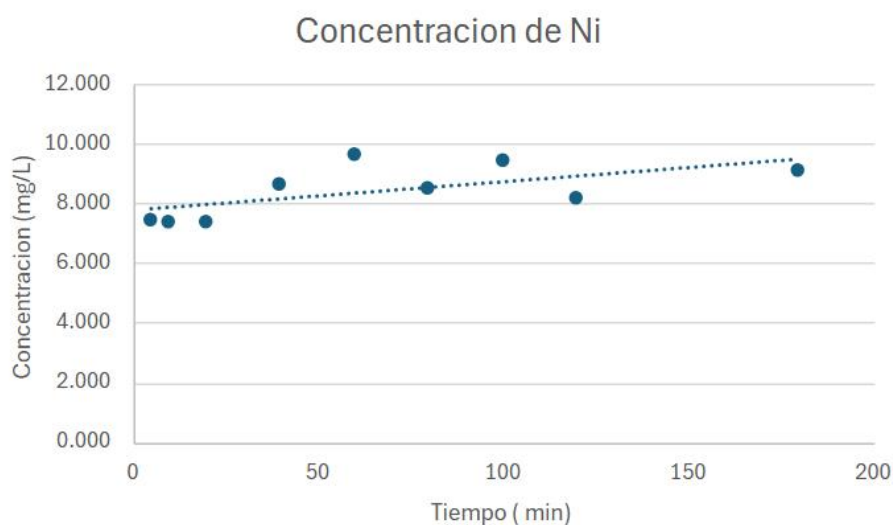
#### Níquel

En las concentraciones finales de níquel se puede observar que de 10 ppm disminuyo a un rango de 7.414 mg/L a 9.683 mg/L. Por lo que se considera que esta relación de polvos de hematita ayuda a reducir los niveles de níquel, pero no de manera muy poco satisfactoria ya que se esperaba reducir un 80 % de la concentración de níquel, y al considerar el tiempo de contacto con el adsorbente se puede observar que no tiene una variación marcada de acuerdo con este, se mantiene en un rango mínimo y tiene una mínima adsorción.

*Tabla 9. Concentración final (mg/L) de Níquel.*

Tiempo (min)	Muestras	Concentración (mg/L)
5	Ni1	7.455
10	Ni2	7.414
20	Ni3	7.429
40	Ni4	8.676
60	Ni5	9.683
80	Ni6	8.574
100	Ni7	9.503
120	Ni8	8.241
180	Ni9	9.122

Nota: Síntesis de Hematita relación de 2.5:1 de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ .



Gráfica 8: Concentración final de níquel contra tiempo final contra tiempo, relación 2.5:1  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ .

### Plomo

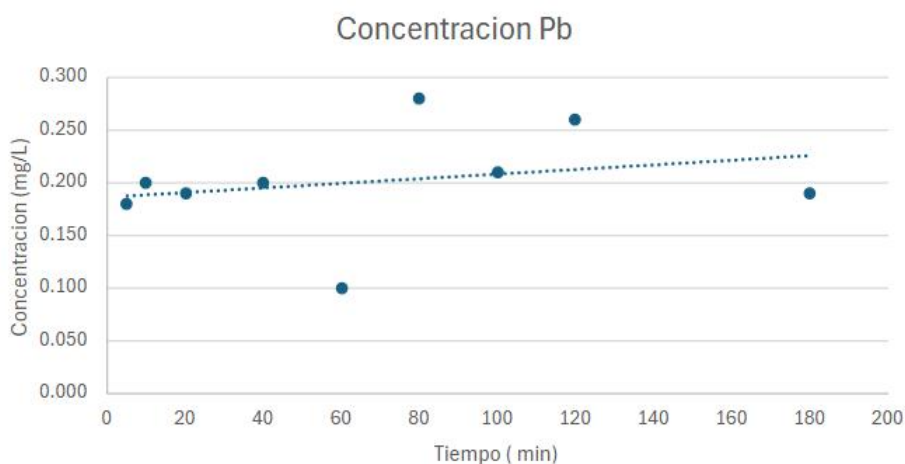
En las concentraciones finales de plomo se puede observar que de 10 ppm disminuyo a un rango de 0.100 mg/L a 0.280 mg/L. Por lo que se considera que esta relación de polvos de hematita si ayuda a reducir los niveles de plomo de manera satisfactoria ya que se redujo en el rango de acuerdo con los datos de la norma y se

encuentran de acuerdo con lo esperado en Plomo se esperaba reducir un 90 % de la concentración, y al considerar el tiempo de contacto con el adsorbente se puede observar que no tiene una variación marcada de acuerdo con este, se mantiene en un rango mínimo. En esta relación en el plomo se puede observar una mayor disminución a comparación de las otras.

**Tabla 10.** Concentración final (mg/L) de Plomo.

Tiempo (min)	Muestras	Concentración (mg/L)
5	Pb 1	0.180
10	Pb 2	0.200
20	Pb 3	0.190
40	Pb 4	0.200
60	Pb 5	0.100
80	Pb 6	0.280
100	Pb 7	0.210
120	Pb 8	0.260
180	Pb 9	0.190

Nota: Síntesis de Hematita relación de 2.5:1 de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ .



Gráfica 9: Concentración final de plomo contra tiempo final contra tiempo, relación 2.5:1  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4 \text{N}_2\text{O}$ .

### 3.3.3 Relación de 3.5:1 de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .

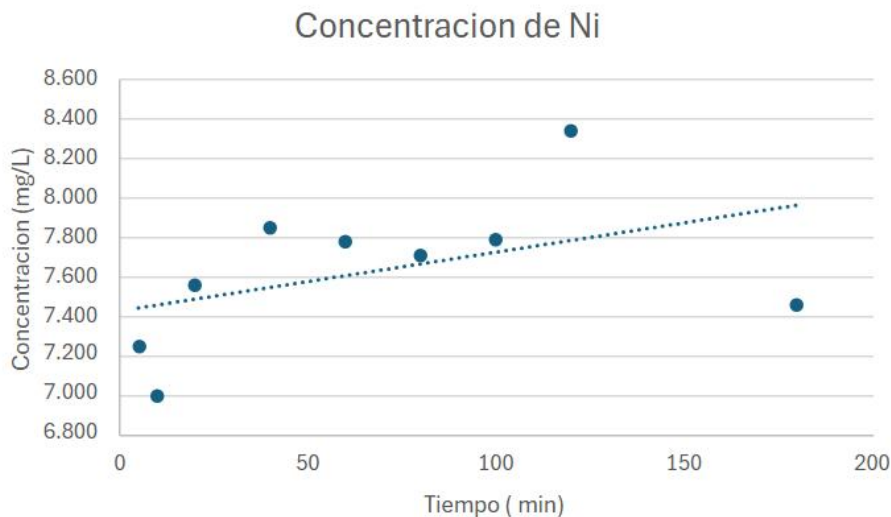
#### Níquel

En las concentraciones finales de Níquel se puede observar que de 10 ppm disminuyo a un rango de 6.985 mg/L a 8.337 mg/L. Por lo que se considera que esta relación de polvos de hematita si ayuda a reducir los niveles de níquel, pero no de manera satisfactoria ya que se esperaba reducir un 80 % de la concentración de níquel, y al considerar el tiempo de contacto con el adsorbente se puede observar que no tiene una variación marcada de acuerdo con este, se mantiene en un rango mínimo.

**Tabla 11.**

Concentración  
(mg/L) de níquel.

Tiempo (min)	Muestras	Concentración (mg/L)
5	Ni1	7.239
10	Ni2	6.985
20	Ni3	7.556
40	Ni4	7.839
60	Ni5	7.777



Gráfica 10: Concentración final de níquel contra tiempo final contra tiempo, relación 3.5:1  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ .

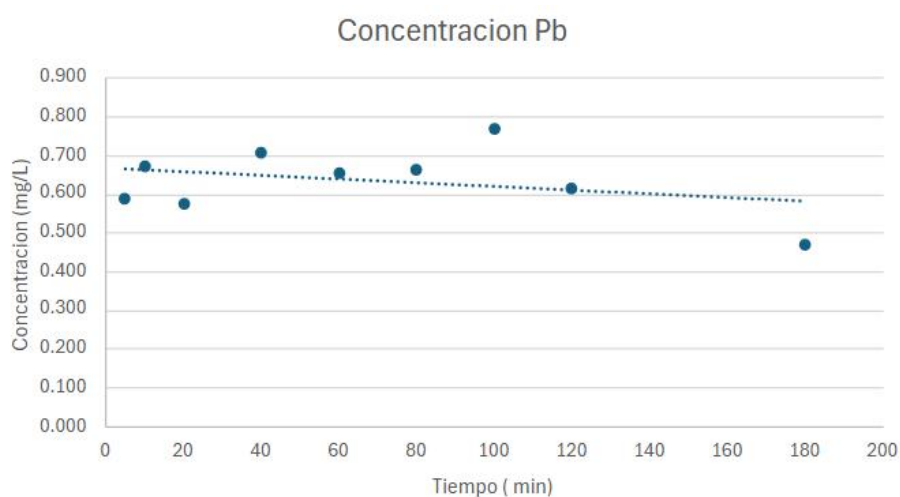
mg/L a 0.769 mg/L. Por lo que se considera que esta relación de polvos de hematita si

ayuda a reducir los niveles de plomo de manera satisfactoria ya que se redujo a un dato muy similar al que nos pide la norma sin embargo no es lo suficientemente eficaz ya que los niveles siguen un altos de acuerdo a lo esperado en Plomo se esperaba reducir un 90 % de la concentración , y al considerar el tiempo de contacto con el adsorbente se puede observar que no tiene una variación marcada de acuerdo a este , se mantiene en un rango.

*Tabla 12. Concentración final (mg/L) de Plomo.*

Tiempo (min)	Muestras	Concentración (mg/L)
5	Pb 1	0.586
10	Pb 2	0.670
20	Pb 3	0.576
40	Pb 4	0.704
60	Pb 5	0.653
80	Pb 6	0.662
100	Pb 7	0.769
120	Pb 8	0.615
180	Pb 9	0.470

Nota: Síntesis de Hematita relación de 3.5:1 de Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>\* 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub> N<sub>2</sub> O.



Gráfica 11: Concentración final de plomo contra tiempo final contra tiempo, relación 3.5:1 Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>\* 9H<sub>2</sub>O y CH<sub>4</sub> N<sub>2</sub>O.

### 3.3.4 Análisis de Resultados

En el uso de hematita como adsorbente podemos observar una variación considerable en la afinidad de este material hacia el níquel y

el plomo. Se observa que, con una concentración inicial de 10 mg/L para cada metal, la hematita muestra una mayor inclinación hacia el plomo en comparación con el níquel.

Para el níquel, los niveles finales fluctuaron entre 6 y 9 mg/L, lo que señala una disminución limitada en la cantidad de metal en la disolución. Las concentraciones finales del plomo fueron notablemente inferiores, con valores medios de entre 0,4 y 0,7 mg/L. Esto indican que la hematita tiene una mayor capacidad para retener o adsorber el plomo

De acuerdo con el análisis previo de las 3 relaciones para la síntesis de hematita y tomando en cuenta cada una de las características favorables como son los resultados de las Micrografías y los Difractogramas que se utilizaron para todo el análisis, se observa que la Relación de 2.5:1  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ , es la más adecuada debido a todos los resultados que se obtuvieron de esta, es más factible.

# CONCLUSIONES

En este trabajo se sintetizó hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) utilizando tres diferentes relaciones molares de reactivos, con el objetivo de evaluar su eficiencia como material adsorbente en la remoción de iones de níquel (Ni) y plomo (Pb) presentes en soluciones acuosas con contaminación inducida. Cada una de las muestras obtenidas fue caracterizada mediante **microscopía electrónica de barrido (SEM)** y **difracción de rayos X (DRX)**, lo cual permitió identificar diferencias en la morfología, tamaño de partícula y estructura cristalina del material según la relación de reactivos utilizada. A cada uno de los materiales obtenidos se le aplicaron pruebas de adsorción a distintos tiempos de contacto, comprendidos entre 5 y 180 minutos, con el fin de determinar su comportamiento cinético y capacidad de retención de contaminantes.

Los resultados obtenidos permitieron identificar que la hematita sintetizada con la **segunda relación de reactivos** presentó el mejor desempeño en términos de adsorción para ambos metales, lo que sugiere que esta proporción favorece condiciones morfológicas y estructurales óptimas para la interacción con los iones metálicos. En contraste, las otras dos relaciones mostraron una menor capacidad de adsorción, confirmando la influencia directa de las condiciones de síntesis sobre las propiedades del material final.

En cuanto al **tiempo de contacto**, se observó que, aunque se evaluó un rango amplio, los resultados de adsorción no presentaron variaciones significativas entre los diferentes tiempos. Esto indica que el proceso de adsorción ocurre de manera rápida y alcanza un equilibrio en etapas tempranas, por lo que prolongar el tiempo no mejora sustancialmente la eficiencia del sistema.

En conclusión, la **segunda relación de reactivos** se establece como la más adecuada para la síntesis de hematita con fines de adsorción de metales pesados en agua. Además, el hecho de que el tiempo de contacto no influya significativamente en la

eficiencia del proceso posiciona a este material como una opción efectiva, práctica y de respuesta rápida para el tratamiento de aguas contaminadas con níquel y plomo.

Los resultados obtenidos en esta investigación permiten demostrar que el equipo de espectrofotometría de absorción atómica es una herramienta eficaz para la medición precisa de concentraciones de metales pesados, específicamente níquel y plomo, en muestras de agua contaminada. A través del uso de esta técnica analítica, fue posible evaluar de manera confiable el comportamiento de la hematita como agente adsorbente, evidenciando su capacidad para remover dichos metales del medio acuoso.

# BIBLIOGRAFÍA

- Akbarzadeh, A., Samiei, M., & Davaran, S. (2012). Magnetic nanoparticles: preparation, physical properties, and applications in biomedicine. *Nanoscale Research Letters*, 7(1). <https://doi.org/10.1186/1556-276x-7-144>.
- Alloway, BJ (2013). Fuentes de metales pesados y metaloides en los suelos. *Metales pesados en suelos: trazas de metales y metaloides en suelos y su biodisponibilidad*, 11-50.
- Burciaga-Montemayor, N. G., Claudio-Rizo, J. A., Cano-Salazar, L. F., Martínez-Luévanos, A., & Vega-Sánchez, P. (2020). Compósitos en estado hidrogel con aplicación en la adsorción de metales pesados presentes en aguas residuales. *TIP. Revista especializada en ciencias químico-biológicas*, 23.
- Castaño, JG, & Arroyave, C. (1998). Funcionalidad de los óxidos de hierro. *Revista De Metalurgia*, 34 (3), 274–280. <https://doi.org/10.3989/revmetalm.1998.v34.i3.794>
- Cedillo, E. J., Carrillo, F. R., & Soria, M. J. (2021). ESTUDIO PARAMETRICO Y CINETICO DE LA CONVERSION DE CONCENTRADOS DE GALENA-ANGLESITA A SULFATO DE PLOMO. *La Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, RLMM*, 41(1).
- Chowdhury, S., Mazumder, M. A. J., Al-Attas, O. G., & Husain, T. (2016). Heavy metals in drinking water: occurrences, implications, and future needs in developing countries. *Science of The Total Environment*, 569-570, 476-488. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.06.166>.

- Cornell, R. M., & Schwertmann, U. (2006). *The iron oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. John Wiley & Sons.
- Duffus, J. H. (2002). «Heavy metals» a meaningless term? (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 74(5), 793-807. <https://doi.org/10.1351/pac200274050793>.
- Guadarrama-Brito, M. E., & Galván Fernández, A. (2015). Impacto del uso de agua residual en la agricultura. *Revista Iberoamericana de las Ciencias Biológicas y Agropecuarias*, 4(7), 1-23
- Hasany, S. F., Ahmed, I., Rajan, J., & Rehman, A. U. (2013). Systematic review of the preparation techniques of iron oxide magnetic nanoparticles. *Nanoscience and Nanotechnology*, 2(6), 148-158. <https://doi.org/10.5923/j.nn.20120206.01>.
- Hua, M., Zhang, S., Pan, B., Zhang, W., Lv, L., & Zhang, Q. (2012). Heavy metal removal from water/wastewater by nanosized metal oxides: a review. *Journal of Hazardous Materials*, 211-212, 317-331. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.10.016>.
- Huertos, E. G., & Baena, A. R. (2008). Contaminación de suelos por metales pesados. *MACLA, revista de la Sociedad Española de Mineralogía*, 10, 48-60.
- Kose-Mutlu, B., Hsu-Kim, H. y Wiesner, MR (2022). Separación de elementos de tierras raras a partir de materias primas de metales mixtos mediante ultrafiltración mejorada por micelas con dodecilsulfato de sodio. *Tecnología Ambiental*, 43 (7), 1013-1025.
- Lu, A., Salabas, E., & Schüth, F. (2007). Magnetic nanoparticles: synthesis, protection, functionalization, and application. *Angewandte Chemie*, 46(8), 1222-1244. <https://doi.org/10.1002/anie.200602866>.

- Maity, D., Kale, S. N., Kaul-Ghanekar, R., Xue, J., & Ding, J. (2009). Studies of magnetite nanoparticles synthesized by thermal decomposition of iron (III) acetylacetonate in tri (ethylene glycol). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321(19), 3093-3098. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.05.020>.
- Mohammad, A. M., El-Din, T. A. S., Hassan, M. A., & El-Anadouli, B. E. (2017). Efficient treatment of lead-containing wastewater by hydroxyapatite/chitosan nanostructures. *Arabian Journal of Chemistry*, 10(5), 683-690. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.12.016>.
- Muhajir, M., Puspitasari, P., & Razak, J. A. (2019b). Synthesis and applications of hematite A- $Fe_2O_3$ : A review. *Journal of Mechanical Engineering Science and Technology (JMEST)*, 3(2), 51-58. <https://doi.org/10.17977/um016v3i22019p051>.
- Murty, B., Shankar, P., Raj, B., Rath, B. B., & Murday, J. S. (2013). *Textbook of Nanoscience and Nanotechnology*. En Springer eBooks. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-28030-6>.
- NMX-AA-051-SCFI-2016 ANÁLISIS DE AGUA MEDICIÓN DE METALES POR ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES y RESIDUALES TRATADAS MÉTODO DE PRUEBA. (2016). Diario Oficial de la Federación. Recuperado 12 de agosto de 2024, de <https://diariooficial.gob.mx/normasOficiales.php?codp=6280&view=si#>.
- NOM-001-SEMARNAT-2021, QUE ESTABLECE LOS LÍMITES PERMISIBLES DE CONTAMINANTES EN LAS DESCARGAS DE AGUAS RESIDUALES EN CUERPOS RECEPTORES PROPIEDAD DE LA NACIÓN. (2021). Diario Oficial

de la federación. Recuperado 6 de junio de 2024, de [https://dof.gob.mx/nota\\_detalle.php?codigo=5645374&fecha=11/03/2022#gsc.tab=0](https://dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5645374&fecha=11/03/2022#gsc.tab=0).

Olivero-Verbel, J., Álvarez-Ortega, N., Alcalá-Orozco, M., & Caballero-Gallardo, K. (2021). Population exposure to lead and mercury in Latin America. *Current Opinion in Toxicology*, 27, 27-37. <https://doi.org/10.1016/j.cotox.2021.06.002>.

Ortiz Medina, Ó. L., Agudelo Valencia, R. N., & Gutiérrez Camargo, N. (2018). Evaluación de cenizas volantes como material adsorbente para la remoción de Pb<sup>2+</sup> en solución acuosa.

Pabón, S. E., Benítez, R., Sarria, R. A., & Gallo, J. A. (2020). Contaminación del agua por metales pesados, métodos de análisis y tecnologías de remoción. Una revisión. *Entre Ciencia e Ingeniería*, 14(27), 9-18.

R Luna-Madrid (2023) Nanomateriales funcionalizados en la restauración del medio ambiente. Universidad de Jaén. Química Inorgánica y Orgánica. [https://crea.ujaen.es/bitstream/10953.1/20122/1/TFG\\_Luna%20Madrid\\_Rafael%20.pdf](https://crea.ujaen.es/bitstream/10953.1/20122/1/TFG_Luna%20Madrid_Rafael%20.pdf)

Rahman, M. M., Khan, S. B., Jamal, A., Faisal, M., & Aisiri, A. M. (2011). Iron oxide nanoparticles. En InTech eBooks. <https://doi.org/10.5772/27698>.

Resumen de Salud Pública: Níquel (Nickel) | PHS | ATSDR. (2016, 6 mayo). [https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es\\_phs15.html](https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs15.html).

Reyes, Y. C., Vergara, I., Torres, O., Díaz, M., & González, E. (2016b). CONTAMINACIÓN POR METALES PESADOS: IMPLICACIONES EN SALUD,

AMBIENTE y SEGURIDAD ALIMENTARIA. Ingeniería Investigación y Desarrollo, 16(2). <https://doi.org/10.19053/1900771x.v16.n2.2016.5447>.

Roncal Solis, N. J., & Villanueva Guevara, C. (2021). Eficiencia del carbón activado de cascarilla de arroz como adsorbente en remoción de metales pesados de efluentes industriales-Cajamarca 2021.

Rubio, D. I. C., Calderón, R. A. M., Gualtero, A. P., Acosta, D. R., & Rojas, I. J. S. (2015). Tratamientos para la Remoción de Metales Pesados Comúnmente Presentes en Aguas Residuales Industriales. Una Revisión. Ingeniería y Región, 13(1), 73. <https://doi.org/10.25054/22161325.710>

Sagadevan, S., Sivasankaran, R. P., Lett, J. A., Fatimah, I., Weldegebrical, G. K., Léonard, E., Le, M., & Soga, T. (2023). Evaluation of photocatalytic activity and electrochemical properties of hematite nanoparticles. Symmetry, 15(6), 1139. <https://doi.org/10.3390/sym15061139>.

San Martín Riffo, J. E. (2019). Estudio de procesos metalúrgicos orientados a la producción de níquel.

Sandoval, D. M., J, S. G., & Caneiro, A. (2008). Síntesis y caracterización de hexaferrita de bario por el método de combustión. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 28(1), 29-37. <https://www.rlmm.org/archives.php?f=/archivos/28%281%29/RLMM%20Art-08V28N1-p29.pdf>.

Sepúlveda, T. V. (2005). Suelos contaminados por metales y metaloides: muestreo y alternativas para su remediación. Secretaría de Medio Ambiente y Recursos

Naturales. Instituto Nacional de Ecología, 144.

<https://dialnet.unirioja.es/servlet/libro?codigo=311149>.

Sombra dos Santos F, Lago FR, Yokoyama L, Fonseca FV Síntesis y caracterización de nanopartículas de hierro de valencia cero soportadas en SBA-15. *J Mater Res Technol* 2017; 6:178-83, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.07.105>.

Sun-Kou, M. D. R., Obregón-Valencia, D., Pinedo-Flores, Á., Paredes-Doig, A. L., & Aylas-Orejón, J. (2014). Adsorción de metales pesados empleando carbones activados preparados a partir de semillas de aguaje. *Revista de la sociedad Química del Perú*, 80(4), 225-236.

Tadić, M., Trpkov, D., Kopanja, L., Vojnović, S., & Panjan, M. (2019). Hydrothermal synthesis of hematite (A- $FE_2O_3$ ) nanoparticle forms: synthesis conditions, structure, particle shape analysis, cytotoxicity, and magnetic properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 792, 599-609. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.414>.

Teja, A. S., & Koh, P. (2009). Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55(1-2), 22-45. <https://doi.org/10.1016/j.pcrysgrow.2008.08.003>.

Wierucka, M., & Biziuk, M. (2014). Application of magnetic nanoparticles for magnetic solid-phase extraction in preparing biological, environmental and food samples. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 59, 50-58. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2014.04.007>

- Wu, C., Mouri, H., Chen, S., Zhang, D., Koga, M., & Kobayashi, J. (2016). Removal of trace-amount mercury from wastewater by forward osmosis. *Journal of Water Process Engineering*, 14, 108-116. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2016.10.010>.
- Wu, W.; Wu, Z.; Yu, T.; Jiang, C.; Kim, W.S. Recent progress on magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, surface functional strategies and biomedical applications. *Sci. Technol. Adv. Mater.* 2015, 16, 023501.
- Medina, H. A. L. Caracterización De Magnetita Obtenida Por Reducción De Hematita Utilizando La Técnica De Espectroscopia Mössbauer Characterization Of Magnetite Obtained By Hematite Reduction Using The Mössbauer.
- Comisión Nacional del Agua (CONAGUA). (2024). Situación de los recursos hídricos en México.
- Prtr-España. (s. f.). Ni (Níquel y compuestos) | PRTR España. <https://prtr-es.es/Ni-Niquel-y-compuestos,15609,11,2007.html>
- ICL LATAM. (2023). Funciones fisiológicas del níquel. Recuperado de <https://icl-growingsolutions.com/latam/agriculture/knowledge-hub/physiological-roles-of-nickel/>
- Prtr-España. (s. f.-b). Pb (Plomo y compuestos) | PRTR España. <https://prtr-es.es/pb-plomo-y-compuestos,15610,11,2007.html>
- Clavijo, J. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos*, 3(3).
- Pérez-Monserrat, E. M. (2012). Técnicas de caracterización petrológicas (I): Microscopía Óptica de Polarización (MOP) y Difracción de Rayos X (DRX).

Pérez Esteve, E., & Gómez Llorente, H. (2020). Técnicas de espectrometría atómica para el análisis de la composición elemental de materiales nanoestructurados artificiales.