

Magnetita sintetizada con cloruro férrico y sulfato ferroso frente a nanopartículas de magnetita comercial en la eliminación de mercurio: estudio comparativo

Magnetite Synthesized with Ferric Chloride and Ferrous Sulfate versus Commercial Magnetite Nanoparticles in Mercury Removal: Comparative Study

Hugo Javier Sánchez-Moreno^{1*} <https://orcid.org/0000-0003-0074-3227>

Verónica Mercedes Cando Brito¹ <https://orcid.org/0000-0001-9290-8523>

Kerly Samantha Jaramillo Rivadeneira² <https://orcid.org/0009-0000-6374-5761>

Juan Antonio Naranjo Silva³ <https://orcid.org/0009-0000-4653-8066>

Mayra Zambrano¹ <https://orcid.org/0000-0002-8661-2184>

Hugo Calderón¹ <https://orcid.org/0000-0002-9213-9717>

Luis Añilema² <https://orcid.org/0000-0001-5434-4384>

¹Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador.

²Grupo Jerves-Consultoría Académica, Macas, Ecuador.

³PRIMAX, Riobamba, Ecuador.

*Autor para la correspondencia. (hugoj.sanchez@epoch.edu.ec)

RESUMEN

Introducción: La contaminación del agua con mercurio es un problema de carácter mundial, existiendo varias alternativas solucionadoras que deben evaluarse sus efectos en función de seleccionar el tratamiento más óptimo.

Objetivo: Evaluar la capacidad de adsorción de nanopartículas de magnetita utilizando precursores de Sulfato ferroso (FeSO_4) y cloruro férrico (FeCl_3), comparándolos con el uso de nanopartículas de magnetita de carácter comercial.

Métodos: Se realizó la síntesis de magnetita por co-precipitación utilizando sulfato ferroso y cloruro férrico, y como agente precipitante hidróxido de sodio, para obtener nanopartículas de magnetita la solución alcanza un pH con rango de 8-12. Posteriormente, se caracterizó mediante SEM, determinando morfología y tamaño de partícula, y análisis de espectrofotometría IR para verificar composición. Adicionalmente, se adquirieron nanopartículas de magnetita comercial para comparar la eficacia de los dos materiales. La eliminación de mercurio se evaluó utilizando el equipo de espectrofotometría de adsorción.

Resultados: Las nanopartículas sintetizadas y comerciales alcanzan un porcentaje de remoción de mercurio de alrededor de 75% y 100% respectivamente (Tiempo de contacto-4 horas). Al analizar el pH, la mayor capacidad de adsorción se alcanza en un valor de 7 y disminuye al basificar la solución. Las nanopartículas comerciales (0,963 a 0,482 μm) presentan mayor uniformidad que las sintetizadas (1,836 a 0,113 μm).

Conclusiones: Las nanopartículas de magnetita comercial tienen una mejor eficacia en remoción de mercurio, alcanzando un porcentaje del 100 % en los

primeros 10 min, mientras las nanopartículas sintetizadas poseen una remoción del 74,88% en 4 horas.

Palabras clave: Contaminación por mercurio; magnetita sintetizada; nanopartículas de magnetita.

ABSTRACT

Introduction: Water contamination with mercury is a global problem, with several alternative solutions whose effects must be evaluated in order to select the most optimal treatment.

Objective: To evaluate the adsorption capacity of magnetite nanoparticles using ferrous sulfate (FeSO₄) and ferric chloride (FeCl₃) precursors, comparing them with the use of commercial magnetite nanoparticles.

Methods: The magnetite synthesis was carried out by co-precipitation using ferrous sulfate and ferric chloride, and sodium hydroxide as precipitating agent, to obtain magnetite nanoparticles the solution reaches a pH range of 8-12. Subsequently, it was characterized by SEM, determining morphology and particle size, and IR spectrophotometry analysis to verify composition. Additionally, commercial magnetite nanoparticles were purchased to compare the effectiveness of the two materials. Mercury removal was evaluated using adsorption spectrophotometry equipment.

Results: The synthesized and commercial nanoparticles achieve a mercury removal percentage of around 75% and 100% respectively (Contact time-4 hours). When analyzing the pH, the highest adsorption capacity is reached at a value of 7 and decreases when the solution becomes basic. The commercial nanoparticles

(0.963 to 0.482 μm) present greater uniformity than the synthesized ones (1.836 to 0.113 μm).

Conclusions: Commercial magnetite nanoparticles have better efficiency in removing mercury, reaching a percentage of 100% in the first 10 min, while the synthesized nanoparticles have a removal of 74.88% in 4 hours. ([traducción](#))

Keywords: Mercury pollution; synthesized magnetite; magnetite nanoparticles

Recibido: 28/09/2023

Aprobado: 21/01/2024

Introducción

La contaminación del mercurio es un problema de creciente preocupación en todo el mundo. Este elemento químico tóxico se encuentra presente en el aire, agua y suelo,(1) y puede tener graves efectos negativos tanto en la salud humana como en el medio ambiente. Es así como este puede afectar al sistema nervioso, digestivo e inmunológico, así como también a órganos como pulmones, riñones y ojos, produciendo síntomas como irritación en la piel, provocando, náuseas, vómitos y diarrea en casos de una prolongada exposición. La exposición crónica puede causar debilidad muscular, temblores, cambios de humor y problemas de memoria y concentración.(2) La liberación del mercurio en el medio ambiente puede ocurrir tanto de forma natural como la meteorización, las emanaciones volcánicas atmosféricas, la desgasificación continental y la evasión de mercurio (Hg) de los océanos, y por acción antropogénica, como la quema de carbón, la incineración de residuos y sobre todo, la actividad minera

La exposición prolongada al mercurio puede causar enfermedades neurológicas, cardiovasculares y renales, mismas que pueden tener efectos sumamente perjudiciales en el desarrollo de los niños y bebés.(3) Además, la contaminación de mercurio también puede afectar la vida silvestre, contaminando la cadena alimenticia.

La minería ilegal y la explotación de oro son las principales actividades que generan esta contaminación.(4) Puesto que existe una amplia falta de regulación y supervisión en cuanto a las actividades mineras y otras operaciones industriales que empleen mercurio para desarrollar sus actividades, esto ha provocado la liberación no controlada de mercurio en los ríos y suelos. Esto ha creado la necesidad de encontrar métodos novedosos e innovadores para eliminar el mercurio del agua,(5) entre los cuales se puede mencionar la aplicación de nanopartículas de diversos materiales. Actualmente, la investigación sobre el uso de nanopartículas de magnetita y otros óxidos de hierro para la remoción de mercurio y otros metales pesados del agua ha tomado impulso ya que ha demostrado resultados prometedores. Investigaciones realizadas por autores como: Barrientos & Matutes;(6) Driscoll et al.;(7) Marimon-Bolívar(8) y Martínez-Peña et al. (9) que han demostrado que los nanomateriales tienen altas capacidades de adsorción para retirar del agua metales pesados, incluyendo el mercurio. En general, las nanopartículas de óxidos de hierro tienen el potencial de ser una herramienta efectiva para la remoción de metales pesados del agua, lo que podría tener un impacto positivo en la calidad del agua y la salud humana.

La nanotecnología representa una vía prometedora para abordar los desafíos en la eliminación de contaminantes en el agua. Esto se debe a la capacidad de los nanomateriales para proporcionar una relación superficie/volumen significativamente alto en comparación con otros materiales de mayor tamaño, lo

que les confiere una mayor eficacia en la eliminación de contaminantes. En consecuencia, la nanotecnología tiene el potencial de ser una herramienta útil para mejorar la calidad del agua,(10,11) los nanomateriales a base de hierro como fase sólida, que resultan prometedores debido a la facilidad de recuperación con un campo magnético externo,(12,13) razón por la cual, en el presente trabajo de investigación se evalúa la capacidad de adsorción de nanopartículas de magnetita utilizando como precursores Sulfato ferroso (FeSO_4) y cloruro férrico (FeCl_3) comparando con el uso de nanopartículas de magnetita de carácter comercial.

Métodos

Diseño experimental

En el presente estudio se llevó a cabo una comparación minuciosa de la eficacia de la adsorción de mercurio, evaluando el desempeño de las nanopartículas de magnetita sintetizadas a partir de sulfato ferroso (FeSO_4) y cloruro férrico (FeCl_3), frente a las nanopartículas de magnetita de origen comercial. Para tal fin, se procedió a la caracterización detallada de las nanopartículas sintetizadas, empleando técnicas de espectrofotometría infrarroja FTIR y microscopía electrónica de barrido SEM, con el objetivo de obtener información detallada sobre sus propiedades estructurales y morfológicas, además de su composición química. Posteriormente, se realizó una experimentación detallada para evaluar la capacidad de remoción de mercurio de cada tipo de nanopartículas, tomando en cuenta parámetro como el tiempo y el pH, con el objetivo de obtener resultados detallados en cuanto a la eliminación del metal contaminante de agua.

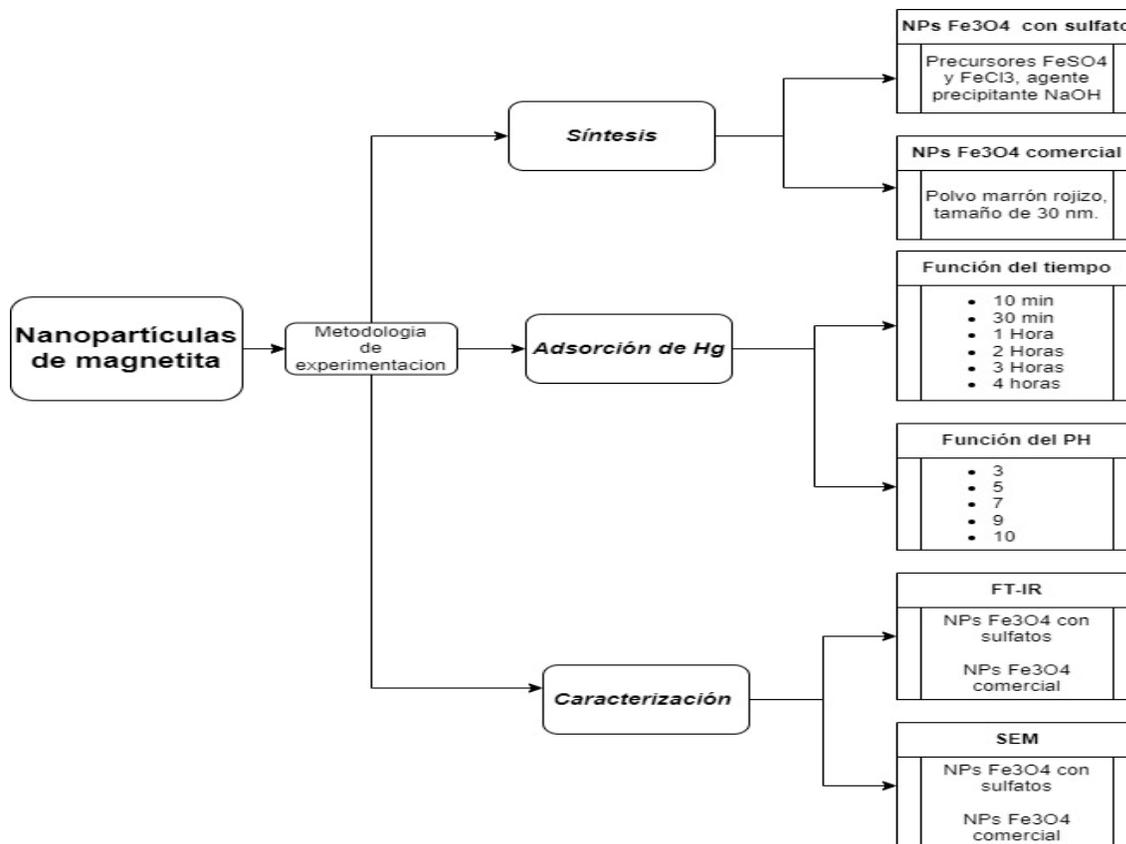


Fig. 1- Diseño experimental

Síntesis de las nanopartículas de magnetita (Fe₃O₄) utilizando como precursores sulfato ferroso (FeSO₄) y cloruro férrico (FeCl₃), con hidróxido de sodio (NaOH) como agente precipitante

La síntesis de nanopartículas de magnetita (Fe₃O₄) se lleva a cabo mediante el método de coprecipitación, basado en los trabajos de González,⁽¹⁴⁾ y Zheng et al.⁽¹⁵⁾ con ligeras modificaciones. Este método implica la utilización de precursores que contienen iones de hierro (Fe⁺² y Fe⁺³), como el sulfato ferroso heptahidratado (FeSO₄·7H₂O) y el cloruro férrico (FeCl₃), que se disuelven en agua desionizada en una relación molar de 1,5:1 para el FeCl₃ y el FeSO₄ respectivamente, esto debido a la tendencia a oxidarse del cloruro férrico (FeCl₃). El agente precipitante utilizado en este proceso es el hidróxido de sodio (NaOH)

que se trabaja a una concentración molar de 1 M. La solución precursora se coloca en un vaso de precipitación y se agita a 200 rpm, mientras se gotea el agente precipitante (NaOH) 1 M en la solución hasta que se observe un color marrón a negro y se alcance un pH de entre 8 a 10, lo que indica la formación de las nanopartículas de magnetita Fe₃O₄. Con el fin de evitar la oxidación de la solución, se añade nitrógeno gaseoso (N₂) de grado analítico en constante burbujeo para crear una atmósfera inerte.

Una vez finalizado el proceso de la síntesis, se procede al lavado de las nanopartículas magnéticas de Fe₃O₄ para eliminar el NaOH e impurezas remanentes, para este fin se utilizó etanol (C₂H₅OH) y agua desionizada, siguiendo la metodología llevada en la investigación de Morales et al.⁽¹⁶⁾ Para este objetivo, se lleva el ferrofluido a centrifugación durante un periodo de 10 minutos a una revolución de 3 000 rpm, transcurrido el tiempo mencionado, se observa la separación de un precipitado negro que representa las nanopartículas. Con ayuda de un imán se atraen las partículas magnéticas que forman el precipitado y se bota el agua. Continuamente se añade etanol al precipitado para un nuevo lavado, a 5 minutos y la misma revolución de 3 000 rpm en la centrifuga. El proceso se repite 2 veces y se termina con un último lavado con agua desionizada durante 10 minutos y 3 000 rpm, con el fin de remover el etanol del lavado anterior. Finalmente, se elimina la mayor cantidad de agua del precipitado y se coloca en la estufa a 50 °C para eliminar toda la humedad por un día.

Por último, el precipitado se pulveriza en un mortero para obtener un sólido homogéneo y del menor tamaño posible, teniendo en cuenta que se obtienen nanopartículas (tamaños menores a 100 nanómetros o 0,1 micrómetros). Como resultado, se obtuvieron 2,45 g de sólido correspondiente a las nanopartículas de magnetita (Fe₃O₄).

Caracterización de las nanopartículas de magnetita sintetizadas con sulfato ferroso y cloruro férrico

Las nanopartículas de Fe₃O₄ sintetizadas por el método mencionado anteriormente se caracterizan mediante espectroscopia de infrarrojo FTIR, para este objetivo, se utiliza el equipo espectrofotómetro de infrarrojo FTIR 4 100 de la marca Jasco Rango de medición del número de onda de 7800 cm⁻¹ a 350 cm⁻¹, cuya resolución máxima es de 0,7 cm⁻¹, sistema óptico de Haz único, fuente de cerámica de alta intensidad y un detector DLaTGS. Usando esta técnica ampliamente aplicada en el campo de la nanotecnología, es posible determinar los grupos funcionales presentes en una muestra a partir de las vibraciones distintivas que aparecen en el espectro infrarrojo, lo que permite obtener información sobre su composición química.⁽¹⁷⁾

Además, se caracterizaron las nanopartículas de magnetita Fe₃O₄ con la aplicación del equipo de microscopía electrónica de barrido (SEM), el cuál es un método sumamente técnico utilizada para la determinación de la morfología, el tamaño y la distribución de partículas preparadas en las escalas de micro rango,⁽¹⁸⁾ utilizando el microscopio Jeol SEM JSM-IT100 que cuenta con una resolución de 3nm (30kv), 4nm(20kv), 8nm(3kv), 15nm(1kv), se obtuvo imágenes de la superficie de la zeolita impregnada, permitiéndonos observar la morfología y distribución de partículas en la muestra.

Características de las NPs de magnetita comercial

Las nanopartículas de magnetita comercial fueron adquiridas en la empresa china Luoyang Tongrun Nano Technology Co., Ltd, misma que se dedica a la fabricación de productos nanotecnológicos. Las características del producto se exhiben en la Tabla 1.

Tabla 1- Características de la Magnetita Comercial

Producto	Fe ₃ O ₄
Apariencia	Polvo marrón rojizo
Tamaño de partícula	30 nm
Pureza	>99,5 %

Experimentación de adsorción de mercurio utilizando nanopartículas de magnetita sintetizadas y comercial

Para el análisis de adsorción de mercurio se siguió la metodología de la tesis doctoral de Marimon-Bolívar,⁽⁸⁾ y el trabajo de investigación de Song et al.,⁽¹⁹⁾ con ligeras modificaciones, para llevar a cabo este proceso experimental se utilizó una concentración inicial de iones Hg (II) de 1 000 ppb para todos los experimentos de adsorción. Esta solución se preparó a partir del estándar de cloruro de mercurio (HgCl₂) de concentración de 1000 ppm, del cual se preparó una solución de 1ppm para la experimentación, para esta cuestión se agregó 1 ml de la solución estándar en 100 ml de agua desionizada. Se prepararon muestras de 20 ml de la solución madre de Hg (II) de 1 ppm y se añadieron 0,20 g de las nanopartículas de magnetita sintetizada y de igual manera, se realizó el mismo proceso para la experimentación para las nanopartículas de magnetita comercial. Posteriormente se colocó en agitación a 200 rpm y se determinó la capacidad de adsorción de mercurio en diferentes tiempos. La relación de sólidos adsorbentes en la solución contaminada con iones de mercurio Hg(II) se estableció en base al trabajo de investigación realizado por Cheng et al.⁽²⁰⁾

Otro parámetro que se evaluó en la adsorción de mercurio es el pH, se trabajaron con variaciones de 3, 5, 7, 9 y 10, para alcanzar los valores de pH deseados para

el proceso experimental, se procedió a la adición de hidróxido de sodio (NaOH) con una baja concentración molar de 0.1 M a la solución para basificar la misma, teniendo en cuenta que la concentración inicial de la solución contaminada con iones de mercurio Hg (II) tiene un pH de 3. Para analizar la influencia del pH en la capacidad de adsorción de mercurio de las nanopartículas magnéticas se tomó la misma concentración de iones de mercurio Hg(II) de 1 ppm y la misma masa de adsorbente y volumen de solución, utilizando 0,20 g de sólido y 20 ml de solución contaminada, y se agitó a 200 rpm por un tiempo de 1 hora, siguiendo parámetros similares a los utilizados por Marimon-Bolívar,⁽⁸⁾ que evaluaba la capacidad de adsorción de nanopartículas de magnetita obtenidas por síntesis verde con glutatión. El análisis de la remoción de mercurio se realizó con el equipo de espectrofotometría de absorción atómica iCE 3 300, marca THERMO, intervalo de longitud de onda estándar de 185 nm a 760 nm.

Porcentaje de remoción de mercurio de las nanopartículas de magnetita

Para determinar el porcentaje de remoción se aplicó la ecuación 1 (Saiz Conde, 2015):

$$\%E = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

Donde:

%E= Porcentaje de eliminación de mercurio

C_i= Concentración inicial (1000 ppb)

C_f= Concentración final (ppb)

Resultados

Espectroscopia de infrarrojo (FTIR) de las nanopartículas

En la Figura 2 se observa el análisis FTIR realizado a las nanopartículas de magnetita.

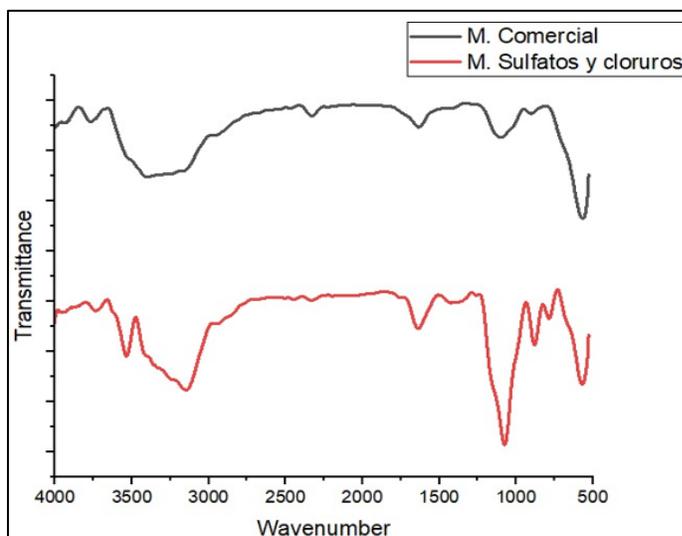


Fig. 2- Espectro IR de las magnetitas.

SEM posterior a la adsorción de mercurio

En la Figura 3 se presenta la microscopia electrónica de barrido de las nanopartículas de magnetita sintetizadas con FeSO_4 y FeCl_3 para identificar la morfología y análisis EDS que muestran la composición química respectivamente.

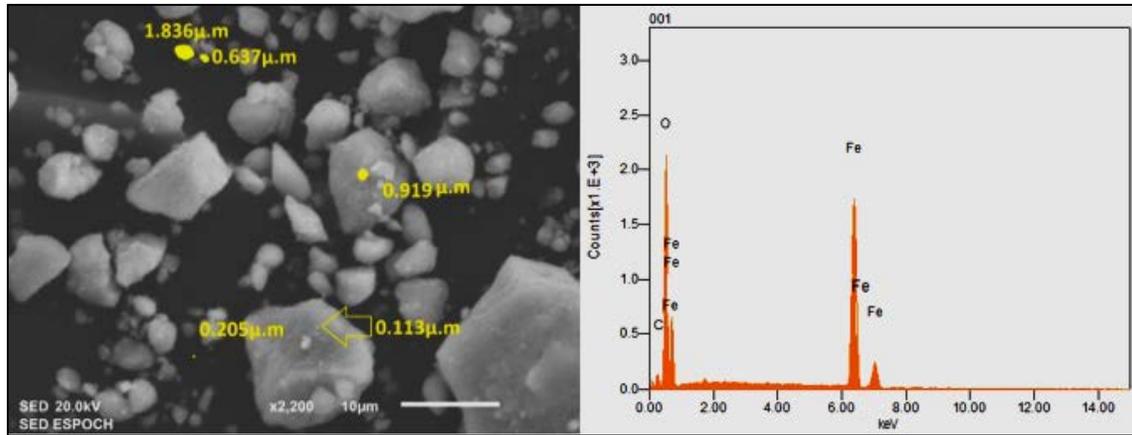


Fig. 3- Análisis SEM y EDS Magnetita Sintetizada.

La Figura 4 corresponden al análisis SEM y EDS de la magnetita comercial

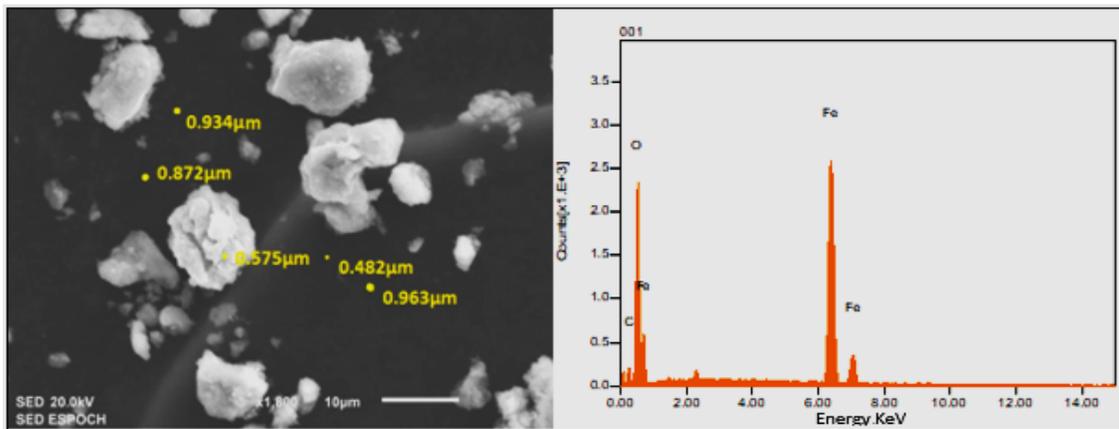


Fig. 4- Análisis SEM y EDS Magnetita comercial.

Comparación del porcentaje de eliminación de mercurio de las diferentes Nps de magnetita

Incidencia del tiempo en el porcentaje de remoción de mercurio

La concentración final del mercurio en la solución en relación al tiempo de experimentación se muestra a continuación y los resultados del porcentaje de remoción de mercurio determinado según la metodología mencionada en otra sección se muestran en la Figura 5.

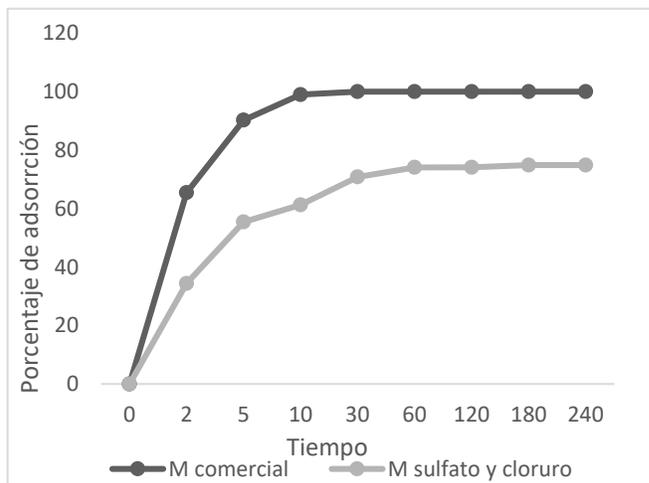


Fig. 5- Incidencia del tiempo en el porcentaje de adsorción de Hg.

Influencia del pH en el porcentaje de eliminación de mercurio

En la Figura 6 se tiene la concentración final de iones Hg (II) en la solución y se evidencia el porcentaje de remoción de mercurio, posterior a la experimentación a diferentes valores de pH.

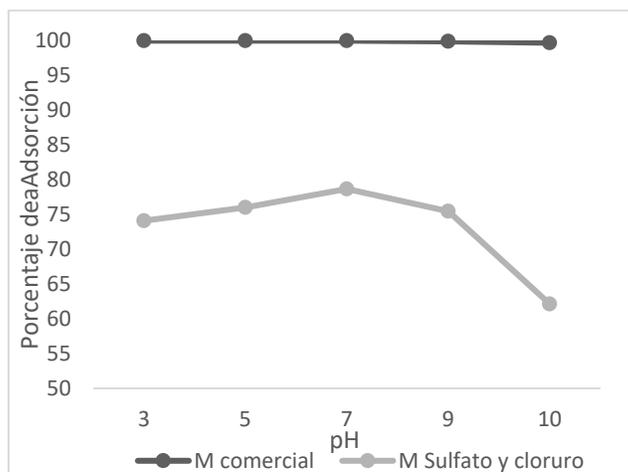


Fig. 6- Porcentaje de Eliminación de Hg en función del pH.

Discusión

La caracterización por espectroscopía FTIR de las nanopartículas de magnetita se presenta en la Figura 2. Se observan distintas bandas de absorción, entre las cuales la localizada aproximadamente a 560 cm^{-1} es atribuible a las vibraciones de estiramiento del enlace Fe-O, un rasgo distintivo de la estructura de la magnetita. Las bandas de absorción detectadas en 1650 cm^{-1} y 3100 cm^{-1} son indicativas de la presencia de grupos hidroxilos (OH) en la superficie de las nanopartículas. Por otro lado, la banda observada en 760 cm^{-1} se puede asignar a vibraciones de estiramiento del enlace Cl-O, lo cual sugiere la incorporación de cloro en la estructura de las nanopartículas. Esto último es consistente con el uso de FeCl_3 como precursor en el proceso de síntesis. Estos hallazgos confirman la formación de magnetita y revelan como la modificación superficial de las nanopartículas podría influir en sus propiedades magnéticas y su reactividad química.

La comparativa entre el FTIR de la magnetita comercial y la magnetita sintetizada muestra similitudes con los perfiles reportados en la literatura para nanocompuestos magnéticos.⁽²¹⁾ Los puentes de hidrógeno fuertes que se encuentran en $900\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ están asociados a los grupos hidroxilo unidos al óxido de hierro, así como a las moléculas de agua adsorbidas en la superficie de las nanopartículas.⁽²²⁾ Los rangos de estas vibraciones para identificar la composición química de la magnetita se tomaron en cuenta en base a lo especificado en el libro *Infrared Spectroscopy of Minerals and Related Compounds*, de Chukanov & Chervonnyi.⁽²³⁾

En la Figura 3, se observan las nanopartículas sintetizadas, las cuales exhiben una morfología esférica irregular, con tamaños que oscilan entre 1.836 y $0.113\text{ }\mu\text{m}$. No obstante, se detecta la presencia de partículas más pequeñas que, debido a las limitaciones de resolución del equipo de microscopía electrónica de barrido (SEM), no han podido ser cuantificadas con precisión. Este hallazgo sugiere la

existencia de nanopartículas de dimensiones inferiores a las detectables por el método empleado.

Además, se constata un marcado grado de aglomeración entre las nanopartículas. Esta tendencia hacia la aglomeración puede atribuirse a la ausencia de agentes tensoactivos en el proceso de síntesis, lo que concuerda con los resultados reportados por Liu et al.⁽²⁴⁾ Estos autores argumentan que las nanopartículas magnéticas tienden a aglomerarse a causa de sus superficies hidrofóbicas, un fenómeno que puede contribuir al aparente incremento en el tamaño de las partículas.

Se destaca que la adición de compuestos orgánicos podría mitigar este efecto, ya que se adhieren a la superficie de las nanopartículas formando una capa protectora que previene la aglomeración. Además, estos compuestos mejoran la biocompatibilidad y la solubilidad en agua de las nanopartículas. Este aspecto es relevante para la caracterización dimensional precisa de las nanopartículas sintetizadas a partir de FeSO_4 y FeCl_3 . El análisis EDS muestra la composición química de la magnetita sintetizada con FeCl_3 y FeSO_4 , la relación de porcentaje atómico es 38,19 % Hierro, 50,45 % Oxígeno y el resto corresponde a la presencia de contaminantes como: 10,47% Carbono, 0,35% Manganeso y 0,54% Silicio, en conclusión, mediante la síntesis mencionada en el presente trabajo de investigación, se obtienen nanopartículas con un pequeño grado de contaminación.

En la Figura 4 se presentan las nanopartículas de magnetita comercial, las cuales exhiben una mayor uniformidad en cuanto a tamaño, en comparación con las nanopartículas sintetizadas. Además, se observan diámetros entre 0,963 y 0,482 μm , aunque también se puede visualizar la presencia de partículas de menor tamaño que representan las nanopartículas. El grado de dispersión de las

partículas en la magnetita comercial es mayor, lo que resulta en un aumento en su área superficial. El análisis EDS muestra la composición química de la magnetita comercial, la relación de porcentaje atómico es 43,39 % Hierro, 43,72 % Oxígeno y el resto corresponde a la presencia de carbono como contaminante.⁽²⁵⁾ en su investigación explica que todas las nanopartículas de magnetita contienen principalmente hierro (Fe) y oxígeno (O), de esta manera se afirma que las nanopartículas que sintetizamos tienen un alto grado de pureza.

La Figura 5 muestra la relación entre el tiempo y la eficiencia en la remoción de mercurio. Se observa que a medida que aumenta el tiempo de exposición, se incrementa el porcentaje de eliminación de iones Hg (II) de la solución. Pabón et al.⁽²⁶⁾ en su artículo realiza la experimentación con nanopartículas de magnetita obtenidas con extracto de eucalipto, obteniendo los mismos resultados en cuanto a la influencia del tiempo. La curva de porcentaje de remoción de mercurio aumenta progresivamente al pasar el tiempo, hasta alcanzar un punto de equilibrio donde se estabiliza. Además, los experimentos han demostrado que las nanopartículas de magnetita comercial pueden eliminar completamente el mercurio de la solución en un lapso de 30 minutos, alcanzando una eficiencia de remoción del 100%. Por otro lado, las nanopartículas sintetizadas logran una disminución gradual de la concentración de mercurio, estabilizándose finalmente en 251 ppb, lo que representa un porcentaje de remoción del 74,88%. Este comportamiento sugiere diferencias significativas en la capacidad de remoción entre ambos tipos de nanopartículas, destacando la eficacia de la magnetita comercial para la purificación rápida de soluciones contaminadas con Hg (II).

En la Figura 6 se demuestra la influencia significativa del pH en la eficiencia de remoción de mercurio. Se constató que la adsorción óptima para las nanopartículas de Fe₃O₄ sintetizadas se logra a un pH neutro (7), alcanzando una eliminación de mercurio del 78,677 %. Se observa también que al aumentar el pH

más allá de este punto, la capacidad de remoción disminuye a medida que la solución se vuelve más básica.

Para la magnetita comercial se observa un porcentaje de remoción del 100% en pH 3, 5 y 7, sin embargo, la remoción disminuye según se aumenta el pH, es decir, según la solución se hace básica, lo que coincide con los datos obtenidos por Marimón-Bolívar et al.⁽⁸⁾ ya que la mayor adsorción de mercurio se da en pH 7 utilizando nanopartículas sintetizadas con glutatión. Pabón et al.⁽²⁶⁾ evalúa el porcentaje de adsorción de las nanopartículas de magnetita sintetizadas con extracto de Eucalipto y la mejor remoción se da en un pH de 4,5, mostrando una diferencia con los resultados obtenidos en esta investigación. La discrepancia puede atribuirse al uso de extractos en la síntesis de nanopartículas que puede modificar las propiedades. Los resultados obtenidos están en concordancia con la investigación de Marimón-Bolívar et al.⁽⁸⁾ que experimenta con nanopartículas de magnetita funcionalizadas con silano aminopropilo, peptona y biomasa de cáscara de yam, evidenciando la misma tendencia de influencia del pH en la adsorción de mercurio, alcanzando el mayor porcentaje de remoción en un valor de pH 7.

En conclusión, la magnetita comercial mostró una mayor efectividad en la adsorción de mercurio en comparación con la magnetita sintetizada a partir de sulfato ferroso y cloruro férrico. Además, tanto el tiempo como el pH influyen en la remoción de Hg (II). Entre las razones que podrían explicar la superioridad de la magnetita comercial se encuentra la dificultad para controlar el tamaño de las nanopartículas en la síntesis realizada en este estudio, junto con la ausencia de uso de tensoactivos o dispersantes. Esto último puede conducir a una aglomeración en las Nps de Fe₃O₄, como se observa con precursores de FeSO₄ y FeCl₃. Dicha aglomeración es atribuible a su alta relación superficie/volumen, que conduce a una tendencia natural de las nanopartículas a unirse para minimizar la

energía superficial, formando conglomerados y, como resultado, aumentando el tamaño de partícula. Esto provoca una reducción en el área superficial disponible, limitando el contacto con los iones Hg (II) y disminuyendo tanto la capacidad de adsorción como las propiedades magnéticas, tal como se describe en Venkateswarlu et al.⁽²⁵⁾

Consideraciones finales

Atendiendo al propósito de la investigación, el cual es evaluar la capacidad de adsorción de nanopartículas de magnetita utilizando precursores de Sulfato ferroso (FeSO₄) y cloruro férrico (FeCl₃), comparándolos con el uso de nanopartículas de magnetita de carácter comercial, se ha determinado en el presente estudio, que la eficacia de remoción de las nanopartículas de magnetita comercial es mayor que la de la magnetita sintetizada utilizando como precursores FeCl₃ y FeSO₄, demostrando un porcentaje de adsorción del mercurio del 100% para la magnetita comercial y un 74,88% para la magnetita sintetizada al transcurrir 4 horas de contacto y agitación. La razón por la que la magnetita comercial tiene mayor eficacia es que en la síntesis realizada en esta experimentación, no se puede controlar el tamaño de las nanopartículas, por otra parte, no se utilizó tensoactivos y la magnetita tiende a aglomerarse, aumentando el tamaño de partícula y, por ende, disminuyendo su área superficial para el contacto con los iones Hg(II).

Mediante el análisis SEM y EDS se precisó que la magnetita comercial tiene una alta pureza ya que contiene principalmente Fe y O en su composición, con un porcentaje de 43,39 % y 43,72 % respectivamente, mientras las nanopartículas sintetizadas tienen un porcentaje de 38,19 % Fe y 50,45 % O, además de presencia de otros compuestos contaminantes como Si, Mn y C que pueden influir en la eliminación de mercurio del agua contaminada

La magnetita sintetizada con precursores FeCl_3 y FeSO_4 presentó resultados prometedores pese a no utilizar tensoactivos en su síntesis que permitan controlar el tamaño de partícula y la dispersión de la misma, ya que alcanza un 74,88 % de remoción en tan solo 4 horas.

El análisis de adsorción de mercurio evidenció que el tiempo y pH si influyen en la adsorción de mercurio, de manera que a mayor tiempo de contacto el porcentaje de eliminación aumenta hasta estabilizarse. En cuanto al pH, la mayor capacidad de adsorción se alcanza en un valor de 7 y disminuye al basificar la solución.

Referencias bibliográficas

1. Rahbar N, Jahangiri A, Boumi S, Khodayar MJ. Mercury removal from aqueous solutions with chitosan-coated magnetite nanoparticles optimized using the box-behnken design. Jundishapur journal of natural pharmaceutical products. 2014; 9(2): e15913. <https://doi.org/10.17795/jjnpp-15913>
2. de Almeida Rodrigues P, Ferrari RG, Dos Santos LN, Junior CA. Mercury in aquatic fauna contamination: a systematic review on its dynamics and potential health risks. Journal of Environmental Sciences. 2019; 84: 205-218. <https://doi.org/10.1016/j.jes.2019.02.018>
3. Yu JG, Yue BY, Wu XW, Liu Q, Jiao F, Jiang XY, et al. Removal of mercury by adsorption: a review. Environmental Science and Pollution Research. 2016; 23(6): 5056–5076. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-5880-x>
4. Larson HJ. The Minamata Convention on Mercury: risk in perspective. The Lancet. 2014; 383(9913): 198-199. [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(13\)62000-0](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(13)62000-0)

5. Driscoll CT, Mason RP, Chan HM, Jacob DJ, Pirrone N. Mercury as a global pollutant: sources, pathways, and effects. *Environmental science & technology*. 2013; 47(10): 4967-4983. <https://doi.org/10.1021/es305071v>
6. Barrientos JE, Matutes AJ. Uso de nanomateriales magnéticos para la remoción de arsénico del agua para consumo humano. *Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*. 2013; 6(11): 76-84. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2013.11.50006>
7. Driscoll CT, Mason RP, Chan HM, Jacob DJ, Pirrone N. Mercury as a global pollutant: sources, pathways, and effects. *Environmental science & technology*. 2013; 47(10): 4967-4983. <https://doi.org/10.1021/es305071v>
8. Marimon-Bolívar W. Ingeniería de nanopartículas magnéticas para la remoción de metales pesados en aguas. Tesis doctoral. Bogotá: Pontificia Universidad Javeriana, Facultad de Ingeniería; 2018. <https://doi.org/10.11144/Javeriana.10554.39649>
9. Martínez-Peña VI, Ilyina A, Álvarez-Reyna V, Ramos-González R, Contreras-Esquivel JC, Chávez-González ML, et al. Aprovechamiento de residuo de biomasa fúngica en la obtención de un sistema magnético nanoestructurado para remover arsénico del agua. *Revista internacional de contaminación ambiental*. 2020; 36(2): 383-397. <https://doi.org/10.20937/rica.53233>
10. Brar SK, Verma M, Tyagi RD, Surampalli RY. Engineered nanoparticles in wastewater and wastewater sludge—Evidence and impacts. *Waste management*. 2010; 30(3): 504-520. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2009.10.012>
11. Tiwari DK, Behari J, Prasenjit Sen PS. Application of nanoparticles in waste water treatment. 2008; [access 11/09/2023] 3(3): 417-433. Disponible en: [http://www.idosi.org/wasj/wasj3\(3\)/11.pdf](http://www.idosi.org/wasj/wasj3(3)/11.pdf)

12. Zargar B, Parham H, Hatamie A. Modified iron oxide nanoparticles as solid phase extractor for spectrophotometric determination and separation of basic fuchsin. *Talanta*. 2009; 77(4): 1328-1331.
<https://doi.org/10.1016/j.talanta.2008.09.011>
13. Parham H, Zargar B, Shiralipour R. Fast and efficient removal of mercury from water samples using magnetic iron oxide nanoparticles modified with 2-mercaptobenzothiazole. *Journal of hazardous materials*. 2012; 205-206: 94-100.
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.12.026>
14. Alfaro YG. Ensamblado de nanopartículas de magnetita a sólidos porosos por interacción con ferrofluidos para el desarrollo de materiales multifuncionales. Doctoral dissertation. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid, Departamento de Nuevas Arquitecturas en Química de Materiales; 2016. [access 11/09/2023] Disponible en: <https://digital.csic.es/handle/10261/129943>
15. Zheng W, Gao F, Gu H. Magnetic polymer nanospheres with high and uniform magnetite content. *Journal of magnetism and magnetic materials*. 2005; 288: p. 403-410. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2004.09.125>
16. Morales F, Sagredo V, Torres T, Márquez G. Characterization of magnetite nanoparticles synthesized by the coprecipitation method. *Ciencia e Ingeniería*. 2019; [access 11/09/2023] 40(1): 39-44. Disponible en: <http://erevistas.saber.ula.ve/index.php/cienciaeingenieria/article/view/13722>
17. López-Lorente ÁI, Mizaikoff B. Recent advances on the characterization of nanoparticles using infrared spectroscopy. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2016; 84: 97-106. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2016.01.012>

18. Faraji M, Yamini Y, Rezaee M. Magnetic nanoparticles: synthesis, stabilization, functionalization, characterization, and applications. *Journal of the Iranian Chemical Society*. 2010; 7: 1-37. <https://doi.org/10.1007/BF03245856>
19. Song J, Kong H, Jang J. Adsorption of heavy metal ions from aqueous solution by polyrhodanine-encapsulated magnetic nanoparticles. *Journal of colloid and interface science*. 2011; 359(2): 505-511. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2011.04.034>
20. Cheng Z, Tan AL, Tao Y, Shan D, Ting KE, Yin XJ. Synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles and applications in the removal of heavy metals from industrial wastewater. *International Journal of Photoenergy*. 2012; 2012: 1-5. <https://doi.org/10.1155/2012/608298>
21. Tayyebi A, Outokesh M, Moradi S, Doram A. Synthesis and characterization of ultrasound assisted “graphene oxide–magnetite” hybrid, and investigation of its adsorption properties for Sr (II) and Co (II) ions. *Applied Surface Science*. 2015; 353: 350-362. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.06.087>
22. Giraldo L, Erto A, Moreno-Piraján JC. Magnetite nanoparticles for removal of heavy metals from aqueous solutions: synthesis and characterization. *Adsorption*. 2013; 19: 465-474. <https://doi.org/10.1007/s10450-012-9468-1>
23. Chukanov N, Chervonnyi A. *Infrared Spectroscopy of Minerals and Related compounds*. Springer Cham. USA: Springer; 2016. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-25349-7>
24. Liu S, Yu B, Wang S, Shen Y, Cong H. Preparation, surface functionalization and application of Fe₃O₄ magnetic nanoparticles. *Advances in colloid and Interface Science*. 2020; 281: 102165. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102165>

25. Subana PS, Manjunatha C, Rao BM, Venkateswarlu B, Nagaraju G, Suresh R. Surface functionalized magnetic α -Fe₂O₃ nanoparticles: synthesis, characterization and Hg²⁺ ion removal in water. *Surfaces and Interfaces*. 2020; 21: 100680. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100680>

26. Pabón SE, Benítez RB, Villa RS, Corredor JA. Mercury (II) removal from aqueous solutions by iron nanoparticles synthesized from extract of *Eucalyptus grandis*. *Heliyon*. 2022; 8(11): e11429. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11429>

Conflicto de intereses

Los autores declaran la no existencia de conflictos de interés

Contribuciones de los autores

Conceptualización: Hugo Javier Sánchez-Moreno; Verónica Mercedes Cando Brito

Investigación: Hugo Javier Sánchez-Moreno; Hugo Calderón

Curación de Datos: Verónica Mercedes Cando Brito; Kerly Samantha Jaramillo Rivadeneira; Mayra Zambrano

Análisis formal: Verónica Mercedes Cando Brito; Juan Antonio Naranjo Silva

Metodología: Luis Añilema

Supervisión: Kerly Samantha Jaramillo Rivadeneira; Luis Añilema

Validación: Juan Antonio Naranjo Silva

Administración del proyecto: Hugo Javier Sánchez-Moreno

Adquisición de fondos: Mayra Zambrano

Redacción-Borrador Original: Hugo Javier Sánchez-Moreno

Redacción Revisión y edición: Hugo Javier Sánchez-Moreno