

# Separación de $\text{Co}^{2+}$ Presente en Solución Acuosa Sobre Carbonato de Calcio

García-Alcantara Elizabeth,<sup>a,b</sup> Granados-Correa Francisco<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Carr. Méx.-Tol., S/N, Km. 36.5, La Marquesa, Ocoyoacac, Méx. C.P. 52750, \*francisco.granados@inin.gob.mx.

<sup>b</sup> Instituto Tecnológico de Toluca, Av. Instituto Tecnológico S/N. Ex Rancho La Virgen, Metepec, Edo de México.

## Resumen

El  $\text{CaCO}_3$  fue sintetizado por el método de precipitación y caracterizado mediante MEB, EDS, TGA e IR. Se estudió el comportamiento de adsorción de  $\text{Co}^{2+}$  presente en solución acuosa sobre el material sintetizado mediante experimentos tipo lotes a temperatura ambiente. Se encontró que la remoción de iones cobalto fue mayor de 40% lo que indican que este material puede ser usado para remover  $\text{Co}^{2+}$  presente en solución acuosa.

## 1. Introducción

El carbonato de calcio es un sólido cristalino blanco en estado puro y se encuentra en la naturaleza en una variedad de formas. Los depósitos de piedra caliza son principalmente de carbonato de calcio. Las estructuras geológicas como las estalactitas, estalagmitas, arrecifes de coral también son depósitos de carbonato de calcio sólido [1]. El uso más importante del carbonato de calcio es en la industria del papel que permite que el papel sea denso, suave y blanco [2]. Puesto que el carbonato de calcio es incoloro, inodoro, insípido y no tóxico, se encuentra en diversos productos diseñados para uso cosmético y farmacológico de la gente. Puede utilizarse como abrasivo suave en las pastas dentales [3].

Por otra parte, el cobalto no es un elemento abundante pero es ampliamente difundido en la naturaleza, sus aleaciones son resistentes al desgaste y a la corrosión, aún a temperaturas elevadas. [4] Entre sus aplicaciones comerciales más importantes están: la preparación de

aleaciones para uso a temperaturas elevadas, aleaciones magnéticas, aleaciones para máquinas y herramientas, sellos de vidrio a metal y aleaciones dentales. [5] La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (US-EPA) a clasificado al cobalto como un contaminante peligroso debido a los daños que causa a la salud, por tal motivo es importante removerlo de aguas contaminadas [6].

En la presente investigación se estudió la síntesis del carbonato de calcio, partiendo de soluciones precursoras de nitrato de calcio y carbonato de sodio, se realizó la caracterización correspondiente del material. Se llevaron a cabo experimentos estáticos para obtener la capacidad de adsorción de iones de  $\text{Co}^{2+}$  presentes en solución acuosa, sobre el material sintetizado.

## 2. Metodología

El carbonato de calcio fue obtenido por el método de precipitación, se empleó una relación molar 1:1, se pesaron 9.446g de  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  y 4.02395g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Los reactivos fueron disueltos y mezclados en 50 mL de agua destilada en un matraz volumétrico, se agitó la mezcla durante 15 minutos a temperatura ambiente. El precipitado obtenido se filtró con la ayuda de una bomba de vacío y se lavó con 100 mL de agua destilada por 5 veces, hasta verificar un pH neutro del eluyente y así obtener un polvo blanco y fino. El sólido se dejó secar a temperatura ambiente por dos días, y posteriormente se caracterizó y empleó como adsorbente del  $\text{Co}^{+2}$ .

El carbonato de calcio sintetizado fue caracterizado por difracción de rayos X (DRX), con el objetivo de identificar las formas cristalinas adoptadas. Se utilizó un difractómetro de polvos SIEMENS D-5000 acoplado a un tubo de rayos X de ánodo. También se caracterizó mediante microscopía electrónica de barrido, para determinar el tamaño y forma de las partículas, utilizando un microscopio electrónico de alto vacío modelo JEOL JSM 5900 LV, equipado con microsonda marca Oxford para llevar a cabo un análisis químico elemental semicuantitativo por la técnica EDS.

Se realizó un análisis termogravimétrico con 15 mg de las muestras, las cuales se colocaron en el crisol de platino del equipo termoanalizador TA Instruments modelo TGA-51, previamente calibrado, se sometió a un calentamiento programado desde 291 K a 1173 K utilizando un tiempo de calentamiento de 20 K/minuto, los experimentos se realizaron utilizando un gas inerte ( $\text{N}_2$  grado ultra alta pureza marca LINDE). Por último se realizó la caracterización por infrarrojo con la finalidad de conocer la pureza del

carbonato de calcio, esto se llevó a cabo mediante el método de disco de KBr, utilizando un espectrofotómetro IR Nicolette 550.

Los experimentos de adsorción fueron llevados a cabo por el método tipo lotes a temperatura ambiente. Se mezclaron 100 mg de carbonato de calcio con 10 mL de solución de  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$   $1 \times 10^{-2}$  M. Se estudió la cinética de adsorción, para determinar el equilibrio entre las fases, empleando diferentes tiempos (de 5 minutos a 24 horas), fueron agitados en un baño maría a temperatura controlada. Una vez concluidos los tiempos de agitación, se separaron las fases, sólidas de las líquidas por centrifugación durante 5 minutos y 5 mL de cada sobrenadante fueron analizados por espectrofotometría ultravioleta -visible. La cuantificación de iones  $\text{Co}(\text{II})$  adsorbidos en el carbonato de calcio fue determinada mediante espectrometría UV-visible, utilizando un espectrofotómetro Shimadzu UV-22.

## 3. Resultados y Discusión

### 3.1 Difracción de rayos X

En la Figura 1, que resultó de la difracción de rayos X, al ser comparado con la tarjeta 24-0027, se observa que corresponde al compuesto de carbonato de calcio, el difractograma presenta picos finos de gran intensidad, comprobando así, que el carbonato se encuentra en forma cristalina y pura.

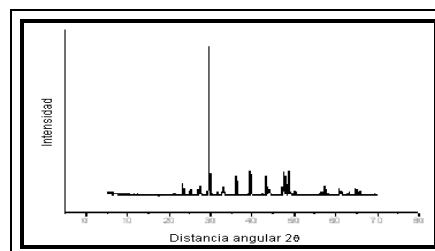
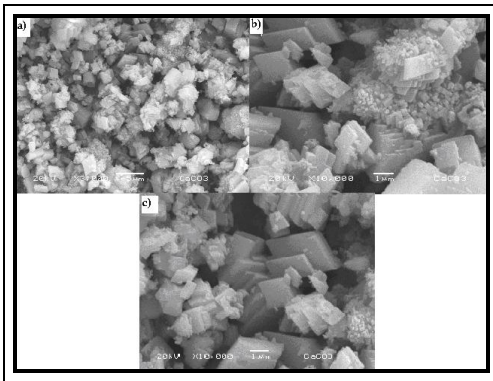


Figura 1. Difracción de rayos X del  $\text{CaCO}_3$

### 3.2 Microscopía electrónica de barrido

La Figura 2 a) muestra las micrografías del carbonato de calcio obtenido por el método de precipitación, en una amplificación de 3000X donde se puede observar claramente varios poros y partículas de tamaños pequeños y constantes. Las Figuras 2 b) y 2 c) con una ampliación de 10000X muestra los poros que existen de una manera mas clara y dando una forma tetragonal de tamaño constante.

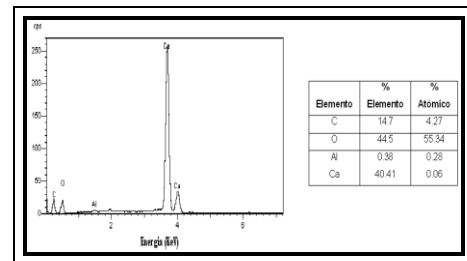


**Figura 2.** Micrografías de carbonato de calcio, sintetizado por el método de precipitación con ampliaciones de a) 3000x, b) 10000x, c) 10000x.

### 3.3 Análisis semicuantitativo elemental

El análisis semicuantitativo elemental (EDS), tiene como objetivo identificar la composición química elemental presentes en la muestra sintetizada, analizada por el microscopio electrónico de barrido (MEB). En la Figura 3 se muestra el análisis de la composición química de los elementos, se puede observar que el compuesto deseado esta presente en los resultados obtenidos. Considerando que también existe una pequeña cantidad de aluminio, lo cual podemos atribuirlo a un desprendimiento de contaminante presente en el vaso de

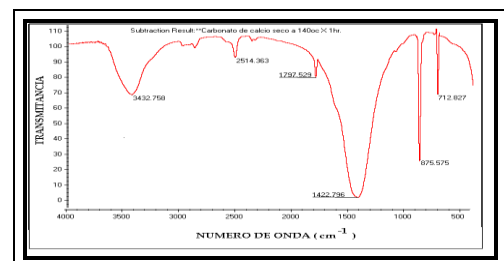
precipitado. Los análisis muestran los porcentajes de cada elemento presentes en el carbonato de calcio, como se espera, el O y el Ca con mayor proporción, pero también se pudo observar la existencia de carbono.



**Figura 3.** Análisis semicuantitativo elemental del  $\text{CaCO}_3$

### 3.4 Análisis por espectroscopía infrarroja

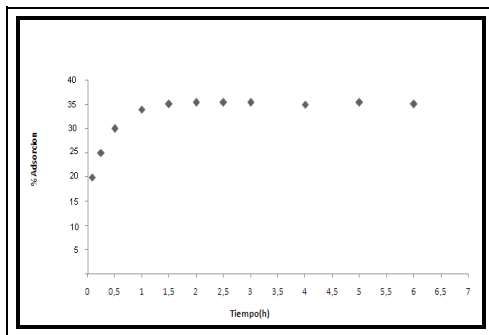
Al realizar el análisis por espectroscopía infrarroja se observa en la Figura 4 un pico de banda ancha en una longitud de onda de  $3655.789 \text{ cm}^{-1}$  correspondiente a los grupos hidroxilos unidos a la superficie del carbonato de calcio. La banda de baja intensidad que se observa a  $1797.51 \text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones del torcimiento de moléculas de agua. El espectro también muestra otra banda a  $682.3$  que corresponde a las vibraciones de enlaces  $\text{CaCO}_3$ . Estos resultados nos muestran que este sorbente presenta una alta pureza, para ser empleado sin posterior purificación.



**Figura 4.** Espectro Infrarrojo del  $\text{CaCO}_3$

### 3.5 Experimentos de adsorción de $\text{Co}^{2+}$

El proceso de adsorción de iones  $\text{Co}^{2+}$  sobre el carbonato de calcio sintetizado en función del tiempo de agitación fue realizado mediante experimentos estáticos. Los experimentos fueron llevados a cabo con un pH 5.5 y una solución de  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  con 10ppm de iones  $\text{Co}^{2+}$ . Los resultados se muestran en la Figura 3.5, en donde se observa que la remoción de iones  $\text{Co}^{2+}$  por el  $\text{CaCO}_3$  alcanzando el equilibrio aproximadamente en una hora y con una eficiencia de adsorción mayor del 35%.



**Figura 3.5** Porcentaje de adsorción de iones  $\text{Co}^{2+}$  sobre el  $\text{CaCO}_3$  sintetizado por el método de precipitación.

### 4. Conclusiones

Los resultados permiten concluir que se sintetizó el carbonato de calcio por el método de precipitación de manera fácil, económica y eficientemente, resultando un compuesto puro y cristalino, tal como se demostró por sus estudios de difracción de rayos X. El material sintetizado resultó ser un polvo fino y poroso, características que le permite ser empleado eficazmente como un material adsorbente para el tratamiento de contaminantes presentes en solución acuosa. Los estudios de adsorción mostraron que el carbonato de calcio adsorbe un 37% de cobalto presente en la

solución acuosa, a pH ligeramente ácido y a temperatura ambiente y que el equilibrio se alcanza a 1 hora después de poner en contacto las fases. Por lo que podemos afirmar que este material es útil para remover cobalto presente en solución acuosa.

### 5. Referencias

- [1] William, D., William, S. 1996. Química. Pearson.
- [2] Laidler, K.J., Meiser, H.J. 2003. Físicoquímica. Editorial Continental.
- [3] Fetter, E. R., Olguín, M.T., Bosch, P., López, T., Bulbulian, S. 1997. Sorption of  $^{131}\text{I}^-$  by Hydrotalcites. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 221(1-2) 65-69.
- [4] Young, S, R. 1960. Cobalt its chemistry, metallurgy and uses. Editorial Reinhold Publishing.
- [5] Flores, M., Olguín T., Solache M., Longoria, G., Bulbulian, S. 1998.  $^{60}\text{Co}$  removal from aqueous Solutions using Charcoal. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 238(11-2), 199-201.
- [6] Lowell, S. 1979. *Introduction to powder surface Area*; Interscience Publishers, Toronto, Canada.