

## ELABORACIÓN DE FORMA RÁPIDA Y SENCILLA DE UN FERROFLUIDO POR OXIDACIÓN DE CAPARROSA

**Autores:** Martínez-Troya, D.<sup>1</sup>

### RESUMEN

En este artículo se lleva a cabo la oxidación rápida y controlada del sulfato de hierro hidratado, denominado tradicionalmente caparrosa. El  $\text{Fe}^{+2}$  de la caparrosa se oxidará parcialmente formando como compuesto principal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  junto al compuesto completamente oxidado  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  que aparecerá en cantidades menores. El resultado es un fluido ferromagnético que sólo exhibe su magnetismo en presencia de un campo magnético intenso, como el de un imán de neodimio.

Palabras clave: Fluido ferromagnético; Óxidos de hierro; Magnetita.

### ABSTRACT

*In this paper I show the quick and controlled oxidation of iron (II) sulfate, traditionally named copperas. The cation  $\text{Fe}^{+2}$  of the sulfate oxidizes partially into  $\text{Fe}^{+3}$  rendering  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  as main product besides  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  the compound of iron that is completely oxidized and appears in a lesser proportion. The result is a ferromagnetic fluid that only shows its magnetism inside a strong magnetic field, like that of a neodymium magnet.*

*Key words: Ferromagnetic fluid; Iron Oxides; Magnetite.*

### INTRODUCCIÓN Y JUSTIFICACIÓN

La elaboración de ferrofluidos puede resultar una actividad de laboratorio de gran interés para cualquier nivel prácticamente de las enseñanzas medias. Además, como puede verse en multitud de videos de Youtube, está de moda, aunque en la mayoría de los casos, bien se emplean las partículas magnéticas del tóner de una impresora láser, bien los óxidos correspondientes a la combustión metálica de una lana de metal.

En uno de los artículos anteriores<sup>2</sup> llevamos a cabo la síntesis del  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  como polvo magnéticamente activo mediante la reacción de Schikorr, evitando la entrada de oxígeno en el tubo mediante un burbujeo continuo que a la vez que desplazaba el aire por el vapor de agua, favorecía la oxidación moderada del  $\text{Fe}^{+2}$  del hidróxido de partida, el  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  de color grisáceo-verdoso. El procedimiento así empleado era lento e impracticable para una sesión de laboratorio de una hora corta, que de lo que podemos

---

<sup>1</sup> Daniel Martínez Troya [vaergael@gmail.com](mailto:vaergael@gmail.com)

<sup>2</sup> Martínez-Troya, D., Martín-Pérez, J.J., *Propuesta para la diferenciación experimental entre óxidos e hidróxidos usando compuestos de hierro*, Bórax, 1(1) 2016, pp. 35 y ss.

disponer en nuestros institutos, salvo que podamos emplear de forma extraordinaria el tiempo de recreo.

Así hemos repetido la reacción de Schikorr buscando facilitar y acelerar el proceso, viendo que es extremadamente fácil y útil el hacerlo, obteniendo al mismo tiempo un fluido magnético suficientemente funcional como para que llame la atención del alumnado y nos permita explicar las características del magnetismo adecuando las explicaciones y las exigencias al nivel concreto al que destinemos la experiencia.

## **DESCRIPCIÓN DE LA ACTIVIDAD**

Aprovecharemos que vamos a trabajar con el  $\text{FeSO}_4$  hidratado, que debería tener un bonito color verde azulado más o menos claro, para remarcar cómo se lleva a cabo la oxidación atmosférica y cómo el  $\text{Fe}^{+2}$  pasa a  $\text{Fe}^{+3}$  por el  $\text{O}_2$  del aire. Así acidificaremos la muestra para desplazar los equilibrios hacia la formación de  $\text{Fe}^{+2}$  y posteriormente añadiremos una disolución de NaOH concentrada para formar el hidróxido de hierro (II), que trataremos de oxidar gradualmente hasta lograr el óxido mixto de Fe (II) y Fe(III), o sea, la magnetita.

Una vez sintetizado el fluido ferromagnético, eliminaremos el agua que lo sobrenada y le daremos consistencia mezclándolo con aceite (nosotros emplearemos aceite de oliva de nuestra tierra). Después secaremos el aceite en exceso (y el agua que quede) y comprobaremos sus características magnéticas.

## **DESARROLLO DE LA ACTIVIDAD**

### **A) RELACIÓN ENTRE Fe(II) Y Fe(III) EN DISOLUCIÓN ACUOSA**

Una de las reacciones correspondientes a la oxidación y reducción de los metales de la primera serie de transición que más interés ha despertado en nuestro alumnado de 1º de Bachillerato ha sido la relación entre el  $\text{Fe}^{+2}$  y el  $\text{Fe}^{+3}$  que se observa claramente en la disolución de la caparrosa, del  $\text{FeSO}_4$ . Como ya se vio en el artículo anteriormente mencionado, el oxígeno del aire oxida el  $\text{Fe}^{+2}$  hidratado, de color verde-azul pálido a  $\text{Fe}^{+3}$  igualmente hidratado, pero de color amarillo-anaranjado.

El sulfato de hecho presenta toda una serie de granos de una coloración muy diversa que oscila a lo largo de toda esa gama de colores, según los átomos metálicos de los granos estén más o menos oxidados. Esto se manifiesta de manera ostensible en la disolución de las sales, pues aquellas que sólo contienen el catión  $\text{Fe}^{+2}$  adquieren la tonalidad verde pálida característica y con una translucidez que contrasta vivamente con las disoluciones neutras ricas en  $\text{Fe}^{+3}$  de color anaranjado y con gran turbidez, debido a la mayor insolubilidad de los hidróxidos del  $\text{Fe}^{+3}$  respecto a los del  $\text{Fe}^{+2}$ .



En la imagen podemos apreciar la existencia de los dos tipos de hierro entremezclados, dependiendo de lo expuesto que haya quedado cada grano al oxígeno del aire. La reacción en seco es más lenta que la que se produce en medio ácido, donde el pH tiene un papel fundamental en los equilibrios que explican la estabilidad relativa del  $\text{Fe}^{+2}$  y el  $\text{Fe}^{+3}$  en agua según el pH existente. La formación de los hidróxidos correspondiente es la clave para comprender esa interdependencia, como nuestro a continuación<sup>3</sup>.

He decidido introducir en este artículo una explicación más profunda sobre la estabilidad preferencial del  $\text{Fe}^{+2}$  a pH bajo respecto al  $\text{Fe}^{+3}$  por haber causado particulares dificultades de comprensión al alumnado. De forma descriptiva las interrelaciones más importantes en equilibrio que explican esa estabilidad son las siguientes:

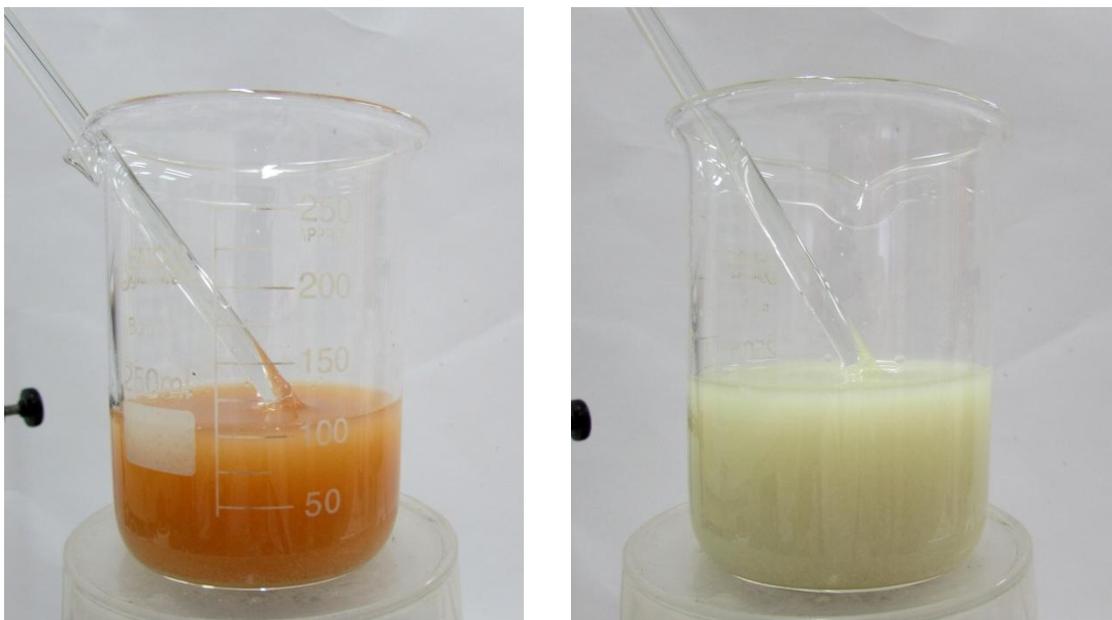
- 1)  $\text{Fe}(\text{OH})_2 (\text{s}) + 2 \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Fe}^{+2} + 2 \text{H}_2\text{O}$
- 2)  $\text{Fe}^{+3} + 1 \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Fe}^{+2}$
- 3)  $\text{Fe}(\text{OH})_3 (\text{s}) + 3 \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Fe}^{+3} + 3 \text{H}_2\text{O}$
- 4)  $\text{Fe}(\text{OH})_3 (\text{s}) + \text{H}^+ + 1 \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_2 (\text{s}) + \text{H}_2\text{O}$
- 5)  $\text{Fe}(\text{OH})_3 (\text{s}) + 3 \text{H}^+ + 1 \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Fe}^{+2} + 3 \text{H}_2\text{O}$

Como vemos, simplemente aplicando la ley de Le Châtelier y sin profundizar demasiado, un aumento de la concentración de  $\text{H}^+$  desplaza los equilibrios hacia la formación de  $\text{Fe}^{+2}$  que queda a pH bajo como la especie mayoritaria, lo que se puede apreciar fácilmente en el color verde pálido correspondiente al  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+2}$  que aparece de forma inmediata cuando acidificamos la disolución. Como se aprecia, no hay una relación directa entre  $\text{Fe}^{+3}$ ,  $\text{Fe}^{+2}$  y pH, pero la regulación se produce al estar todas interrelacionadas, si es que no se quiere considerar la cuarta ecuación, donde la relación de dependencia se manifiesta con los hidróxidos.

Partimos de una cantidad de caparrosa equivalente a tres cucharadas de espátula de cazo redondo, que molturamos primero y disolvemos utilizando unos 100 ml de agua destilada. La cantidad de sulfato tarda en disolverse y una buena parte de ella no lo hará

<sup>3</sup> Para todo lo que paso a describir, sigo a pies juntillas el artículo siguiente de la Universidad de Roskilde en Dinamarca: <http://milne.ruc.dk/kemikurser/InorgChem/Noter/EpHe.pdf>

por la formación del  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  a ese valor de pH. Para que el alumnado entienda la relación existente entre las cantidades en disolución del  $\text{Fe}^{+2}$  y del  $\text{Fe}^{+3}$  acidificamos al principio. No es un paso necesario para obtener el fluido ferromagnético. En nuestro caso disminuiríamos el pH por adición de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a la disolución de  $\text{FeSO}_4$ . Tras repetir la reacción de formación del  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  de diferentes maneras, cuidando la aparición primero del  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  de color grisáceo y su posterior oscurecimiento por oxidación en pequeñas cantidades de oxígeno, o partiendo de una disolución prácticamente naranja por los altos contenidos de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , encuentro que los resultados son igualmente válidos en ambos casos, por lo que la oxidación se puede llevar a cabo rápidamente, sin necesidad de que el  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  formado se oxide muy lentamente, como ya he señalado con anterioridad.



En la imagen de la izquierda tenemos la disolución del  $\text{FeSO}_4$  directamente formada a partir del molturado de la caparrosa. El color naranja delata la presencia masiva de iones de  $\text{Fe}^{+3}$  que comienzan a precipitar en medio neutro, de hecho el hidróxido<sup>4</sup> de hierro (III) precipita a partir de  $\text{pH} = 2$ . Para que se forme el polvo de magnetita debemos neutralizar el ácido y calentar en una atmósfera con una concentración baja de  $\text{O}_2$ .

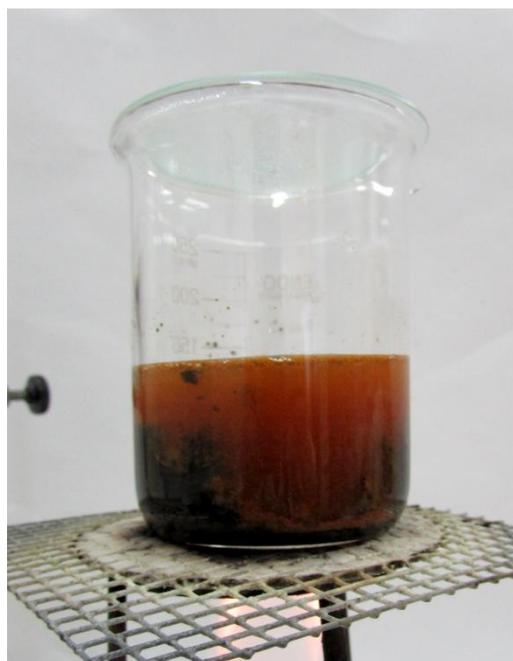
## **B) CALENTAMIENTO CON BAJA PRESIÓN DE OXÍGENO**

La idea de calentar en un vaso de precipitados con un vidrio de reloj sobre la boca, garantiza que la cantidad de aire que entre procedente del exterior sea mínima, por lo que la presión parcial del  $\text{O}_2$  atmosférico será baja y la oxidación del hierro no será

<sup>4</sup> Sobre la naturaleza de este hidróxido es interesante consultar el artículo de D. Martínez.Troya sobre óxidos e hidróxidos de hierro ya mencionado.

total, aunque una parte pasará a  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . La magnetita es  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  que no es sino un óxido doble de  $\text{Fe}^{+2}$  e  $\text{Fe}^{+3}$  por lo que buscamos que se oxide sólo una parte de los átomos de hierro presentes, no todos, de ahí la necesidad de que la concentración de oxígeno sea baja. El proceso de formación del  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  como un polvo oscuro, prácticamente negro, se completa en menos de una hora, por lo que da tiempo a realizar la práctica en una hora de clase.

Aquí ilustro el proceso con una serie de fotografías:



Podemos hacer un seguimiento del proceso de formación del óxido mixto a medida que la reacción se va desarrollando. A pesar de que a alta temperatura se aprecia un menor efecto de arrastre, la plasticidad del ferrofluido es bastante evidente.



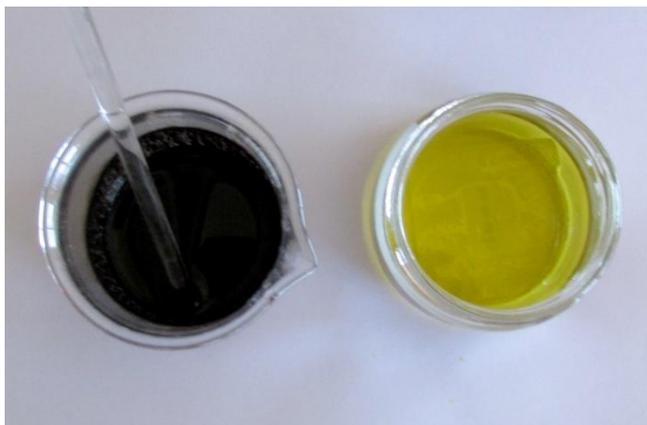
El resultado final es un polvo insoluble que va precipitando en el fondo del vaso y que tiene un intenso color negro. Dejo que precipite completamente hasta que las aguas madre sean perfectamente transparentes (algo que no he hecho en este caso por motivos de tiempo, por lo que en la fotografía se aprecian aún partículas en suspensión que acabarían precipitando en un tiempo breve). Se puede ver el color azabache del óxido obtenido, con una presencia aparentemente mínima del óxido de hierro (III) que se puede ver en el vidrio en forma de puntos rojizos.



### C) ELIMINACIÓN DEL AGUA Y ADICIÓN DE UN LÍQUIDO DENSO

Para terminar esta práctica lo único que hay que hacer es retirar el agua con cuidado y añadir un líquido denso para que las partículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  se cohesionen con mayor facilidad, formando un líquido de gran plasticidad que en las condiciones adecuadas puede llegar incluso a formar las puntas típicas que señalan la dirección del campo magnético del imán correspondiente.

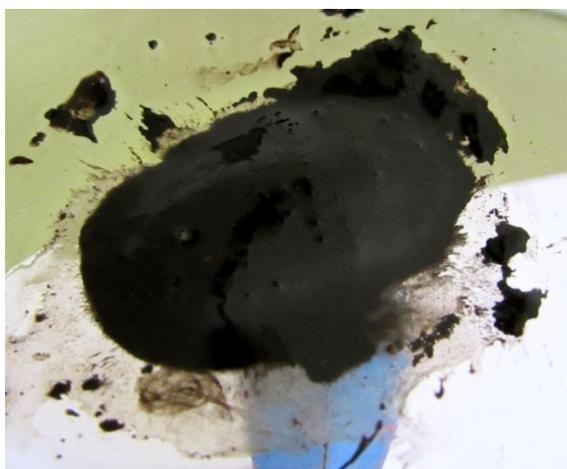
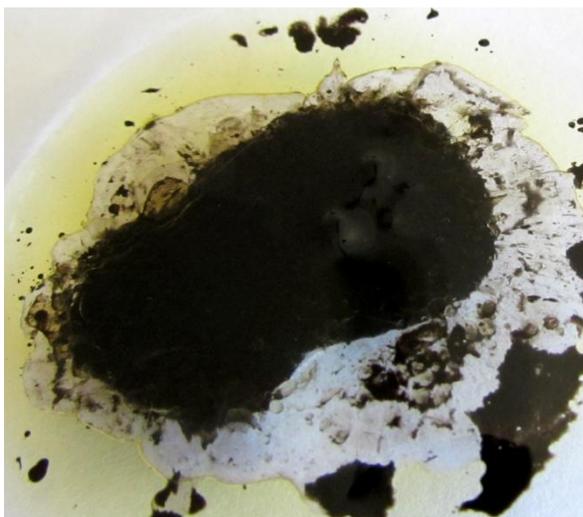
La eliminación del agua la he realizado en dos fases, una primera grosso modo retirando con la pipeta el agua sobrenadante hasta que resultara imposible no arrastrar parte del polvo ferromagnético y en una segunda, con un papel de filtro o un papel de secado poroso, una vez he añadido el aceite.



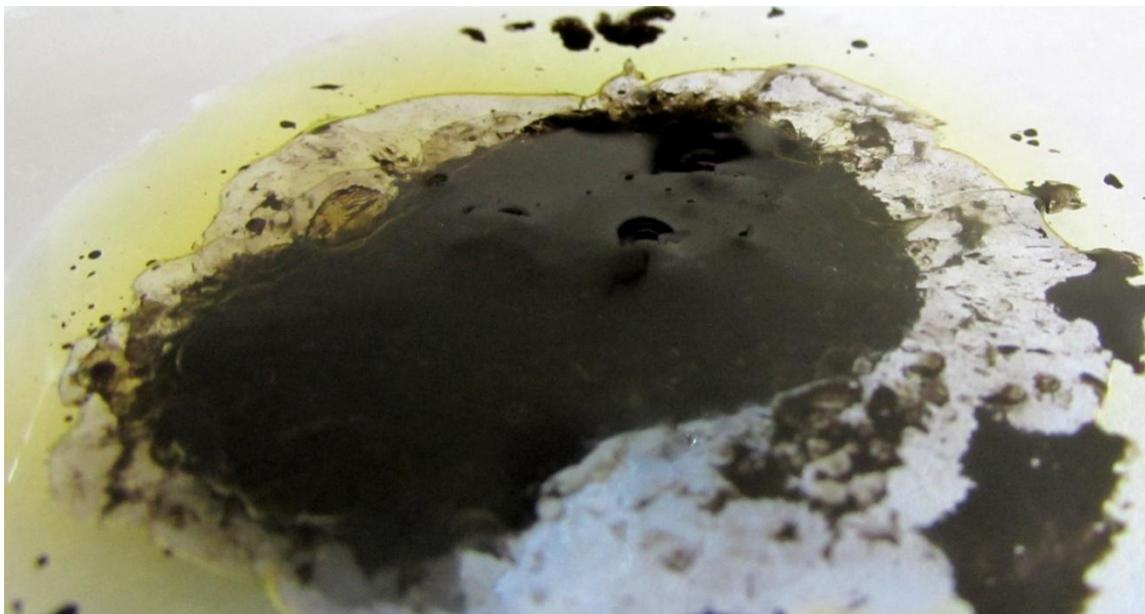
Lograr la consistencia adecuada no es fácil, ya que si tiene demasiado aceite la plasticidad disminuye mucho y si por el contrario, hay menos del óptimo, el fluido se endurece y no se adapta bien a los cambios del campo magnético externo. Tras mezclar bien con una varilla, el color del fluido es intensamente negro y las partículas de magnetita se distribuyen por la mezcla de agua y aceite de una forma bastante homogénea. Al echar un poco del fluido en un vidrio de reloj el líquido apenas si presenta heterogeneidad, pero al colocar un imán debajo podemos observar un fenómeno muy llamativo. Las partículas ferromagnéticamente activas se van agrupando en el centro, inmediatamente encima del imán, sin que el líquido en el que se encuentran las acompañe. El agua y el aceite sobrante quedan atrás en forma de cercos, que pueden retirarse con un papel secante. Además, el fluido al perder líquidos, deja de tener esa superficie engrasada y prácticamente especular tan curiosa que permite que se reflejen en ella hasta los menores detalles, como si fuera una especie de espejo negro. He tenido que hacer bastantes fotos hasta encontrar una en la que la cámara no fuese tan evidente.



El aclarado con Photoshop de la primera de las imágenes no deja de ser sorprendente, por muy simple y obvio que nos parezca el efecto.



En esta imagen intermedia en la que aún no había retirado ni el aceite ni el agua sobrante se puede ver cómo se forman pequeñas puntas (nada parecido a lo que se ve en las preciosas imágenes de otros fluidos) que marcan por dónde van las líneas de campo magnético:



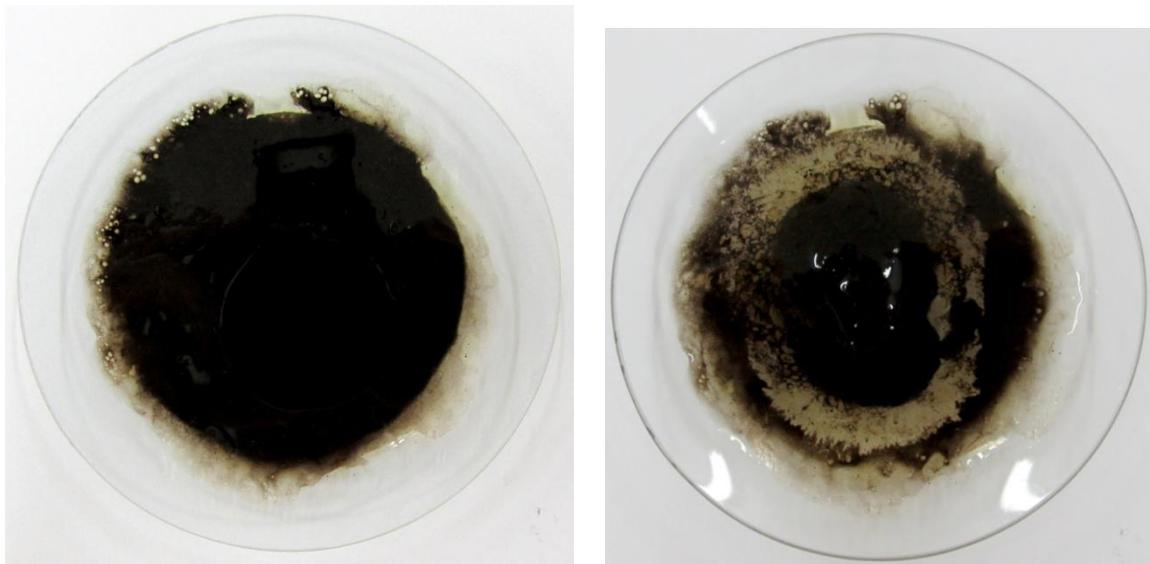
La fuerza con la que el imán de neodimio atrae a las partículas es tan intensa que el imán puede quedarse pegado a la parte inferior del vidrio de reloj sin que corra el menor riesgo de caerse. Es probable que la gran intensidad del campo impida que las puntas se desarrollen más, por la atracción, por ello he probado a ver si alejándolo un poco del fluido había un mejor desarrollo de las puntas, pero no he apreciado mejora alguna. Por otra parte, el fluido sigue los movimientos del imán con sorprendente plasticidad y cambia de forma a medida que movemos el imán de un lado a otro por debajo del vidrio. Es probable que el aceite de oliva que hemos empleado no sea el mejor líquido para darle plasticidad, precisamente porque las partículas de  $Mn_3O_4$  parecen escapar del aceite con facilidad y al final queda viscoso, perdiendo parte de la plasticidad que tenía al principio.

#### **D) USO GLICERINA COMO LÍQUIDO DENSIFICANTE**

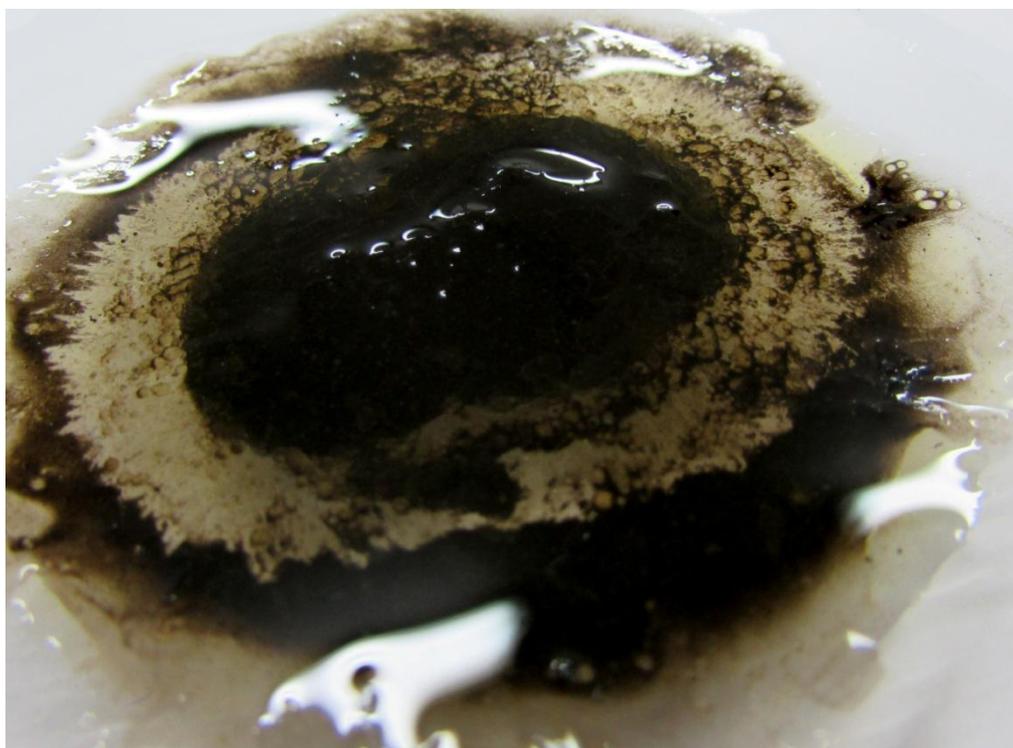
Para tratar de mejorar las propiedades plásticas del fluido ferromagnético usaré glicerina en vez de aceite de oliva (en realidad a la vez), ya que es más densa y permite formar igualmente la suspensión de  $Fe_3O_4$ . La glicerina la añado directamente sobre el fluido ferromagnético, que tiene aceite de oliva y restos de agua. Había dejado el óxido mixto en aceite para tratar de minimizar su progresiva oxidación, sin embargo tras un fin de semana con cierta exposición al aire, el ferromagnetismo ha disminuido sensiblemente y en las paredes del vaso de precipitado el color marrón rojizo del  $Fe_2O_3$

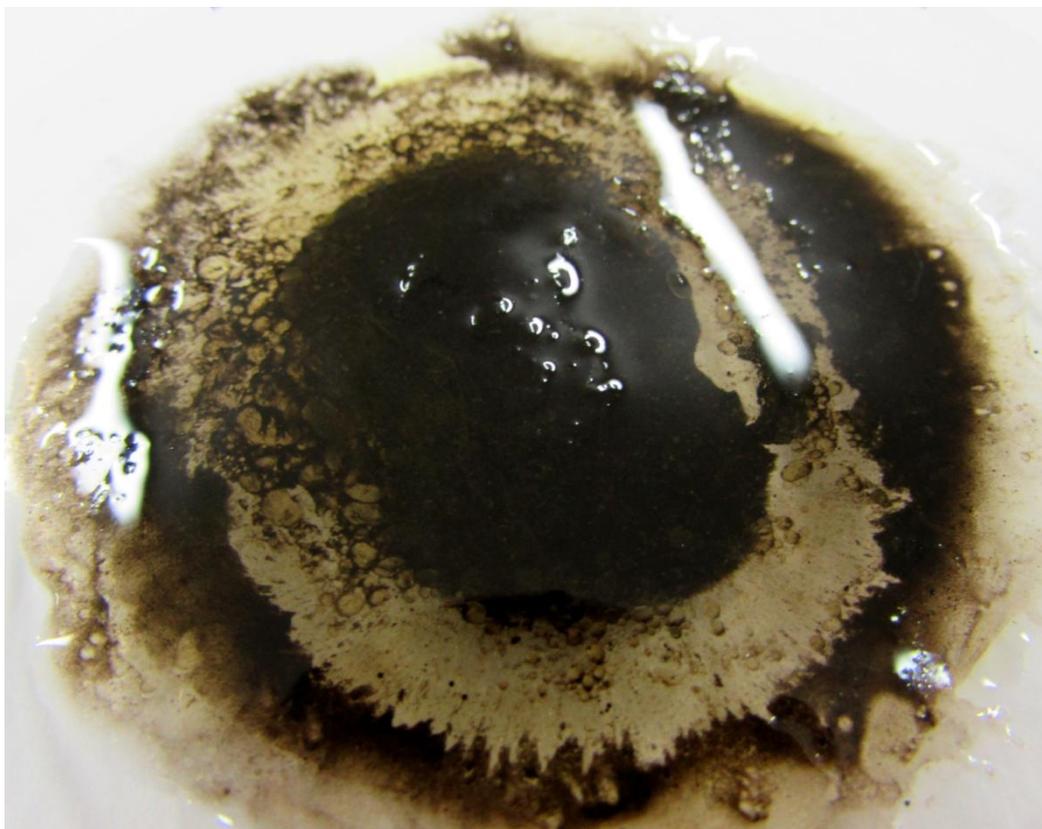
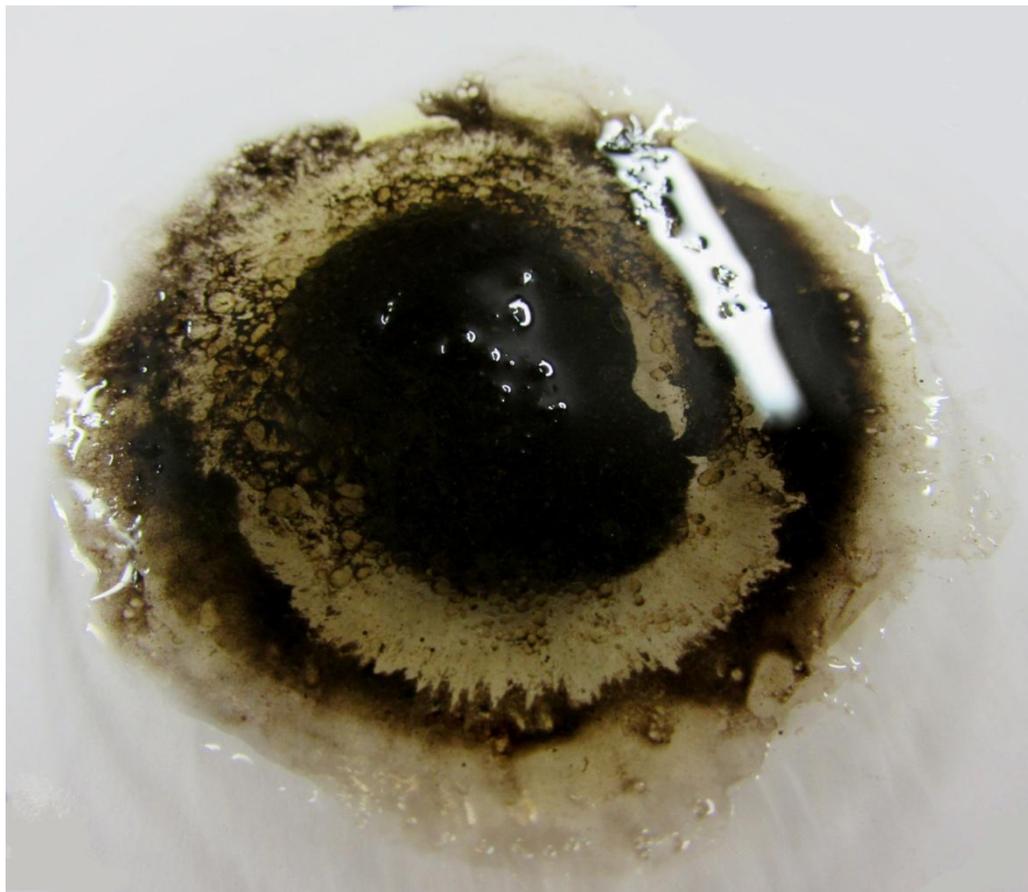
ha aumentado mucho. Es obvio que una parte de los  $\text{Fe}^{+2}$  del  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  han pasado a  $\text{Fe}^{+3}$  por lo que hay una pérdida de material ferromagnético.

Con la glicerina se gana en brillo y en plasticidad:

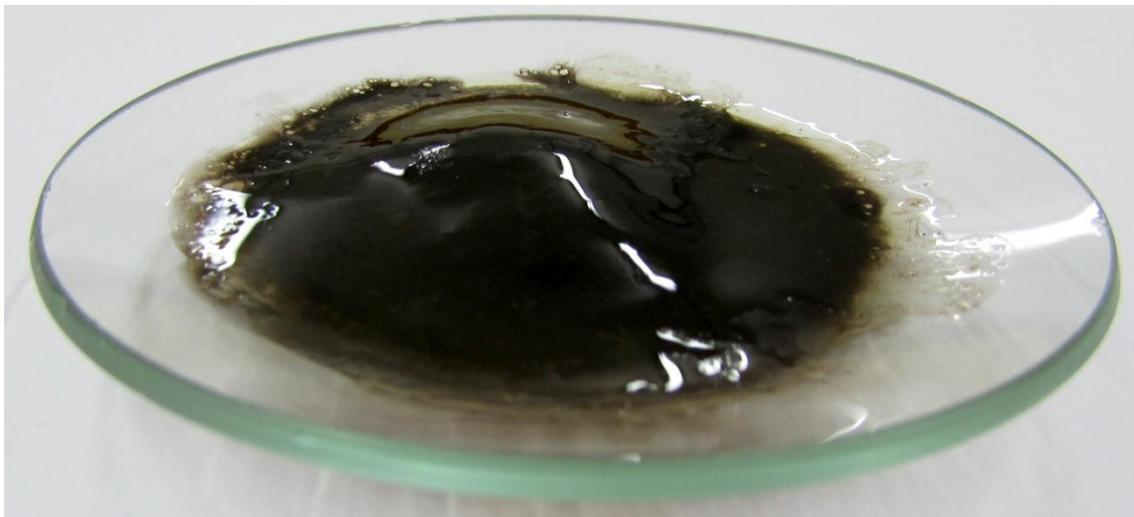


Incluso se llegan a visualizar mejor las líneas del campo, aunque las puntas dejen mucho que desear con respecto a las de otros fluidos. En el cerco que se forma sin embargo alrededor de la masa ferroeléctrica se ven los trazos que dibujan el campo.

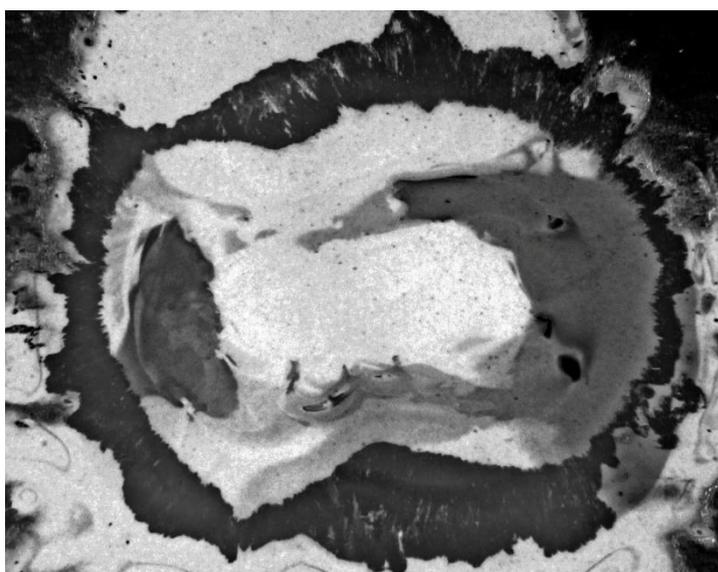


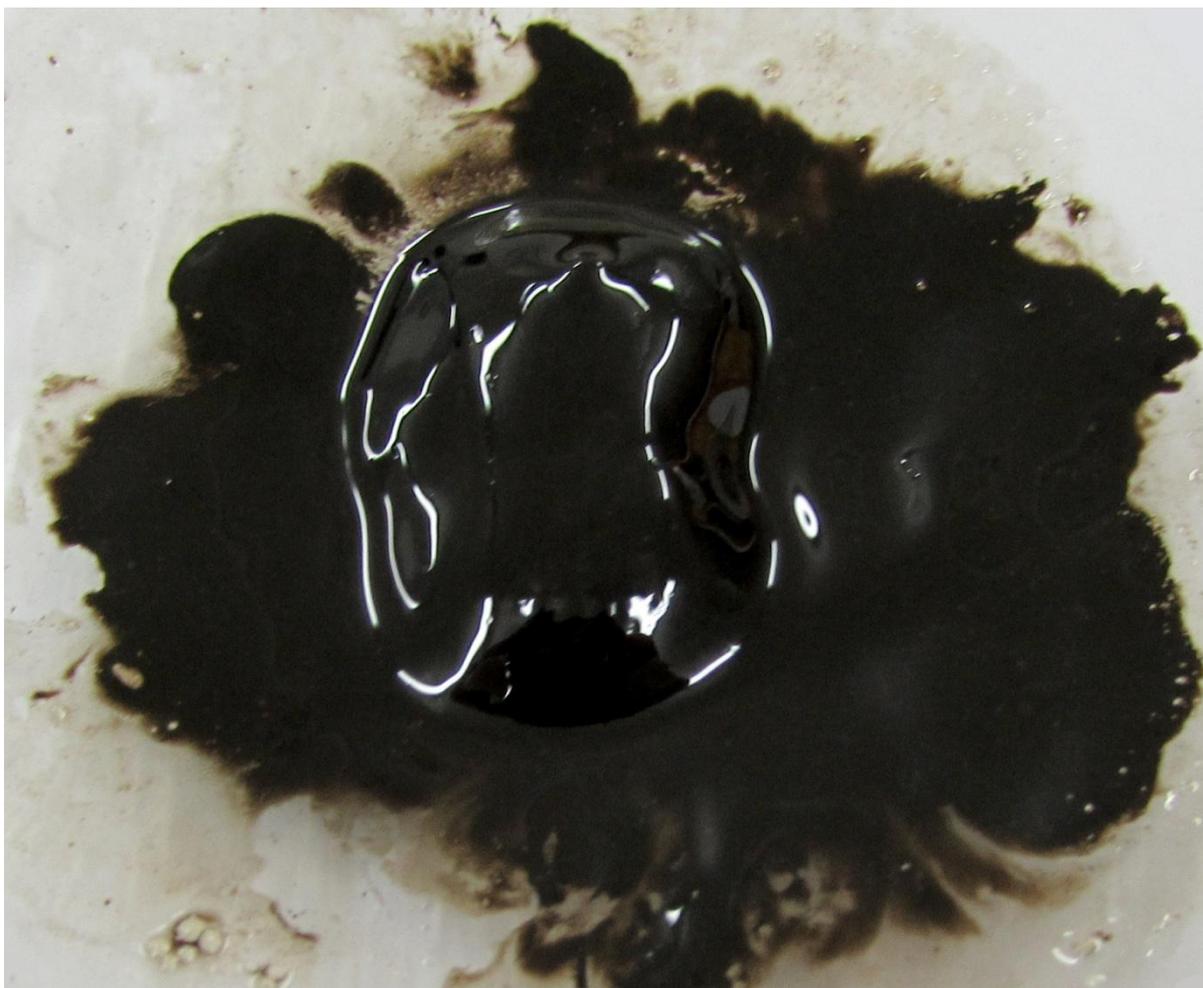


A medida que el fluido se acumula sobre el imán de neodimio las minúsculas puntas desaparecen, formándose en su lugar un montículo bastante denso y modelado que aún retirando el exceso de glicerina, no pierde el lustre. Si después añadimos más fluido ferromagnético las imágenes son muy interesantes.



La masa de fluido ferromagnético adquiere exactamente la forma del imán de neodimio utilizado, en este caso la que tiene una característica forma de riñón. Si en algunas de las imágenes prestamos atención, podemos ver las líneas de campo que forman las partículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  al migrar para acumulándose lo más cerca posible del mismo. Gracias a Fotoshop he invertido los colores de una de las imágenes y acentuado los contrastes. A modo de dientes de sierra se pueden seguir perfectamente las líneas como si fuese el experimento de las limaduras de hierro. A pesar de todo ello la implacable oxidación atmosférica acabará convirtiéndolo en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .







## CONCLUSIONES

La sencillez y la espectacularidad de este experimento lo hacen muy adecuado para el alumnado de todos los niveles, tanto de ESO como de Bachillerato. El sulfato de hierro (II) no es particularmente tóxico al margen de que sea irritante<sup>5</sup>, pero la forma en la que vamos a trabajar no lo hace peligroso. La sosa en cambio sí es corrosiva, pero el alumnado de los cursos bajos debe aprender a emplear este tipo de sustancias con responsabilidad. Los óxidos de hierro que se obtienen también son seguros, y se pueden manipular sin grandes complicaciones, por lo que en 2º o 3º de ESO se puede llevar a cabo para ilustrar el tema de magnetismo o el de reacciones químicas.

Por otra parte la complejidad de los equilibrios implicados, así como los procesos magnéticos que forman parte del cuerpo del experimento, lo hacen muy

---

<sup>5</sup> [https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ferrous\\_sulfate#section=Analytic-Laboratory-Methods](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ferrous_sulfate#section=Analytic-Laboratory-Methods)

apropiado para los cursos superiores, donde se puede estudiar cómo interfiere el pH en la estabilidad de los compuestos, así como las diferencias tan significativas que se producen en las propiedades de las sustancias según se tenga  $\text{Fe}^{+2}$ ,  $\text{Fe}^{+3}$  o una combinación de los dos cationes en la estructura del mismo.

## **BIBLIOGRAFÍA**

- Martínez-Troya, D., Martín-Pérez, J.J., *Propuesta para la diferenciación experimental entre óxidos e hidróxidos usando compuestos de hierro*, Bórax, 1(1) 2016.