



*Benemérita Universidad
Autónoma de Puebla*

*Facultad de Ciencias Químicas
Departamento de Química Inorgánica*

Tesis profesional:

“Obtención de Quitosano a través de exoesqueleto de crustáceos, mediante la combinación de métodos químicos en frío y caliente, y su aplicación en la formación de perlas para la remoción de colorantes en aguas”

*Para obtener el grado de
Licenciada en química*

Presenta:

Janet Ramírez Márquez

*Director de Tesis
Asesor
Asesor técnico*

*M.E.C. Alejandra Castro Lino
Dr. José Ángel Rivera Ortega
Dr. Javier Martínez Juárez*

Abril 2016.



Índice

<i>Planteamiento del problema.</i>	1
<i>Justificación.</i>	2
<i>Objetivo general.</i>	3
<i>Objetivos particulares.</i>	3
<i>Capítulo I:Antecedentes</i>	4
<i>Polímeros.</i>	5
<i>Quitina.</i>	6
<i>Propiedades de la quitina.</i>	7
<i>Quitosano.</i>	9
<i>Propiedades del quitosano.</i>	10
<i>Fuentes naturales de quitina y quitosano.</i>	12
<i>Métodos de extracción de quitosano.</i>	13
<i>Aplicaciones del quitosano.</i>	14
<i>Caracterización del quitosano.</i>	16
<i>Contaminación del agua.</i>	23
<i>Tratamientos de aguas contaminadas con colorantes.</i>	26
<i>Capítulo II:Metodología.</i>	29
<i>Material y Reactivos.</i>	30
<i>Diagrama de trabajo</i>	31
<i>Metodología.</i>	32
<i>Capítulo III: Resultados y Discusión.</i>	34



<i>Condiciones de reacción.</i>	36
<i>Características físicas.</i>	37
<i>Prueba de solubilidad.</i>	38
<i>Espectroscopía de Infrarrojo IR.</i>	39
<i>Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Análisis Químico Elemental (AQE).</i>	41
<i>TGA Y DSC.</i>	43
<i>Grado de desacetilación (%GD).</i>	45
<i>Formación de perlas.</i>	46
<i>Capítulo IV: Conclusiones y sugerencias de trabajo.</i>	50
<i>Conclusiones.</i>	51
<i>Sugerencias</i>	52
<i>Bibliografía.</i>	53
<i>Índice de tablas</i>	56
<i>Índice de figuras.</i>	57



Agradecimientos.

A Dios por las bendiciones que me ha dado a lo largo de mi vida.

A mi familia por ser mi más grande motor.

A la maestra Alejandra Castro Lino por haber me dado la oportunidad de trabajar con usted y la confianza que me dio durante todo este tiempo.

Al Dr. José Ángel Rivera Ortega por sus enseñanzas y sus consejos.

A los maestros del departamento por todas las enseñanzas que me dieron a lo largo de la carrera como mis maestros de Inorgánica.

A mis amigos de laboratorio apoyarme en los momentos más difíciles de este trabajo.

A mis amigo de la carrera por el apoyo que me brindaron durante cinco años.

Al Dr. Javier Martínez Juárez por el apoyo económico brindado para este trabajo.

Al Dr. Efraín Rubio, y el Dr. Genaro Varela del Centro Universitario de Vinculación y Transferencia de Tecnología, por su apoyo en la caracterización por MEB y TGA y DSC.

Al Dr. Sandoval Ramírez del departamento de orgánica de la facultad de ciencias químicas, por su apoyo en la caracterización por espectroscopia infrarroja.

Al cuerpo académico de “semiconductores nano-estructurados y orgánicos” clave: BUAP-CA-275 y la Red temática “Materiales nano-estructurados avanzados y aplicaciones”.



“Si tú nunca lo intentas nunca lo sabrás”

Coldplay, 2005



Planteamiento del problema.

El planeta tierra es también conocido como planeta azul ya que tres cuartas partes de este están totalmente cubiertas por agua, de la cual solo el 3% es agua dulce y es empleada para el consumo humano de más de 6 mil millones de personas que habitan el planeta. Desafortunadamente hoy en día la contaminación del agua a nivel mundial ha ido incrementándose debido a que el hombre ha contaminado este vital suministro con químicos tóxicos y otros desechos no biodegradables, dañinos para la vida acuática y que provocan problemas de salud para los seres humanos y animales que están en contacto con estas aguas.

La contaminación del agua se ha convertido en un problema mundial ya que ocasiona una gran variedad de enfermedades como: disentería, fiebre tifoidea, salmonella, diarrea, cólera, hepatitis A, anemia, entre otras que al no ser tratadas oportunamente pueden ocasionar la muerte ^[1].

Alrededor del mundo la industria textil se ha convertido en el mayor productor de aguas residuales contaminadas con colorantes. Dicha industria utiliza colorantes que contiene compuestos tóxicos y que además son estables a algunos microorganismos, a la luz y a la temperatura, convirtiéndolos en sustancias difíciles de biodegradar, por métodos baratos y fáciles, por lo que el empleo de tecnología muy especializada y cara es empelada para tratar las aguas que son contaminadas con estas sustancias ^[2].

Es por eso que alrededor del mundo se están buscando nuevos métodos de remoción de colorantes en aguas residuales, que sean más baratos y sencillos sin la producción de nuevos subproductos que pueden llegar a volver a contaminar el agua con otros compuestos.



Justificación.

Debido a la eficiencia que presenta el quitosano de remover metales pesados, colorante y microorganismos de medios acuosos, se puede considerar como un material natural renovable útil para el tratamiento de aguas contaminadas.

A través de la combinación del método en caliente con el método frío, se obtiene el quitosano de manera eficiente reduciendo costos y uso de reactivos. Este material se emplea para la formación de perlas para la remoción de colorantes en aguas.



Objetivo general.

Obtener quitosano a través de exoesqueleto de crustáceos, a través de la combinación de los métodos químicos en frío y en caliente.

Objetivos particulares.

1. Realizar las pruebas de solubilidad para la identificación del quitosano obtenido.
2. Caracterizar el quitosano por diferentes métodos espectroscópicos
3. Obtener perlas de quitosano
4. Remover colorantes de medios acuosos

A large, faint, light green watermark of the seal of the Universidad Autónoma de Toluca is centered in the background. The seal features a central figure holding a book, surrounded by the text 'UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE TOLUCA' and the year '1578' at the bottom.

Capítulo I: Antecedentes



Polímeros.

Los polímeros son macromoléculas de gran tamaño y peso molecular que según su origen se pueden clasificar en biopolímeros (sintetizados por la naturaleza) o polímeros sintéticos (sintetizado por el hombre). Otra clasificación que podemos destacar de estas macromoléculas es según el tipo de unidad monoméricas que conforman el polímero se puede mencionar a los homopolímeros (una misma unidad monomérica conforma a toda la cadena polimérica) y los copolímeros (dos o más unidades monoméricas diferentes conforman a la cadena polimérica).

Los polímeros naturales o biopolímeros son macromoléculas sintetizadas mediante algún proceso biológico. En este sentido los más importantes son: las proteínas, el ADN, y los polisacáridos ^[4], de este último tipo se puede destacar la celulosa ya que es la biomolécula más abundante de la tierra (forma la mayor parte de la biomasa terrestre) (figura 1); seguida de la quitina y el quitosano, los cuales constituyen el segundo suministro más grande de biopolímeros naturales que se ha encontrado.

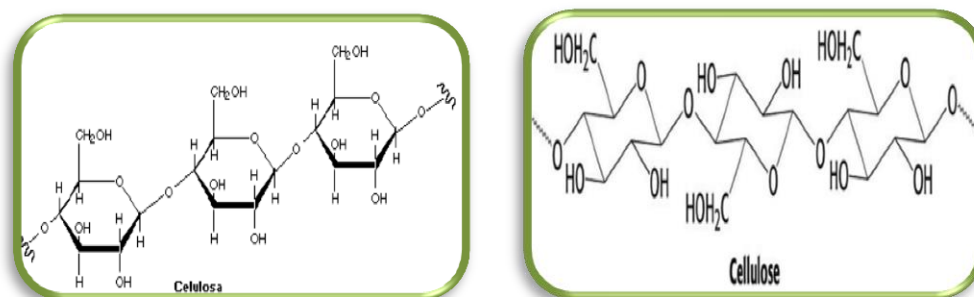


Figura1 unidad monómera de la celulosa en proyección de Haworth y en conformación de silla

Tanto la quitina como el quitosano son biopolímeros químicamente similares a la celulosa diferenciándose únicamente por la presencia en sus cadenas poliméricas, de los grupos amida y amina respectivamente ^[5]. Otra diferencia significativa entre estos es que la celulosa es sintetizada especialmente en plantas, mientras que la quitina se encuentra en la cutícula o exoesqueleto de artrópodos, moluscos e insectos; de igual manera el quitosano se logra encontrar en las paredes celulares de algunos hongos ^[15].



Quitina.

La quitina fue aislada por primera vez en el año de 1811 por Braconnot, pero no fue hasta el año de 1823 cuando Odier logro aislarla a partir de escarabajos^[15] y decidió nombrarla por primera vez como quitina que proviene del griego *Kithon* que significa túnica o cubierta, este nombre le pareció apropiado a Odier debido a que este biopolímero forma parte importante de los tejidos que dan soporte a los caparazones de los insectos y crustáceos, además de que también puede aportar elasticidad a las patas de las pulgas y copépodos para permitirles dar saltos de grandes distancias; así como también se puede encontrar en los dientes y tenazas a los cuales les aporta la fortaleza característica de estos^[6] (figura 2).



Figura 2: Fuentes naturales de quitina 1) hembra de copépodo, 2) artrópodos, 3) gusano de seda y hongos 4) ordenamiento de las cadenas poliméricas.

La manera en que este polisacárido es formado naturalmente es a través de biosíntesis de la glucosa a través de reacciones de fosforilación, aminación y acetilación obtenido como producto la *N*-acetilglucosamina-6-PO₄, la cual al reaccionar con el UDP se obtendrá la UDP-*N*-acetil-glucosamina, la cual posteriormente reaccionará con la enzima quitina sintetasa^[24], para formar las unidades *N*-acetil glucosamina unidas por enlaces glicosídicos, por tal motivo el nombre científico de esta es *polímero lineal de 2-acetamido-2-deoxy-D-glucopiranosado unido por enlaces β (1-4)* y se puede encontrar en la matriz biológica del tejido que compone, es decir la podemos encontrar unida a proteínas formando complejos, asociada a polisacáridos o hidroxifenoles, lípidos, pigmentos y sales inorgánicas, por lo que si se desea aislar el biopolímero primero se debe separar de la matriz biológica por medio del tratamiento adecuado que no afecte a la cadena polimérica. Por medio de esta biosíntesis se logran producir 1350 millones de toneladas de quitina al año logrando ser más abundante que el quitosano^{[6] [15]}.

Tabla 1: Composición química en porcentaje de los desechos en sólidos de artrópodos Flores. 2011

% de quitina	% proteínas	% carbonatos y fosfatos de calcio	% lípidos	% de humedad (dependiendo el origen biológico)
14-35	13-58	20-72	0.8-12	50-80



La industria que se encarga del procesado de los productos del mar, genera una gran cantidad de residuos que tardan mucho tiempo en poderse degradar; los cuales pueden ser mejor empleados para la extracción de quitina ya que dentro de estos desechos se logra encontrar una importante proporción de esta, como se puede apreciar en la tabla 1^[11].

Se cree que la quitina forma parte de los organismos desde ya hace miles de millones de años pues se han encontrado en diversos fósiles de insectos prehistóricos, como por ejemplo en un escorpión de 23 millones de años aproximadamente, así mismo se ha encontrado en los exoesqueletos de los trilobites, los cuales son criaturas que habitaban la tierra en la era Paleozoica, por ellos muchos expertos le asignan una edad aproximada de 570 millones de años ^[6].

Propiedades de la quitina.

En la figura 3 se representa a la estructura de la quitina en proyección de Haworth y en conformación de silla. La quitina es un polímero lineal de color blanco, duro, cristalino e inelástico ^[12], que posee las propiedades de formar cadenas largas y lineales, pero no es soluble en agua ni en otros disolventes de uso común, es biodegradable, biocompatible, absorbente y puede reaccionar en ciertas condiciones para formar derivados. La quitina tiene muchas propiedades útiles pero el hecho de ser insoluble hace que no se emplee demasiado, por tal motivo se ha optado por modificar su composición química creando así sus diferentes derivados, siendo el quitosano el más empleado y conocido. Este último es la forma desacetilada de la quitina, mediante diferentes métodos de preparación los cuales se verán más adelante. ^[6].

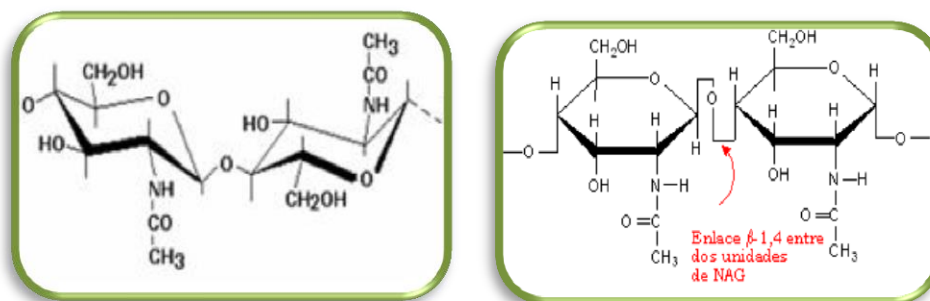


Figura 3: Unidad monómera de la quitina en proyección de Haworth y en conformación de silla

Como se observa en la imagen anterior, la quitina posee el grupo amida el cual si se varía su porcentaje y secuencia dentro de las cadenas poliméricas, se modifica las aplicaciones y características, tales como el efecto de la solubilidad, es por ello que para saber qué tan acetilada se encuentra la quitina se emplea el cálculo del grado de acetilación (DA), el cual para la quitina natural se estima que es un valor de 0.66 (figura 4), lo que indica que una de cada cuatro de sus unidades se encuentra desacetilada; sin embargo otros autores afirman que el valor del DA es de 0.90 ^[15]. Por lo tanto se intuye que la secuencia de



grupos acetil-amino en el quitosano son más espaciados, no se encuentran tan seguidas como se encuentran en la quitina.

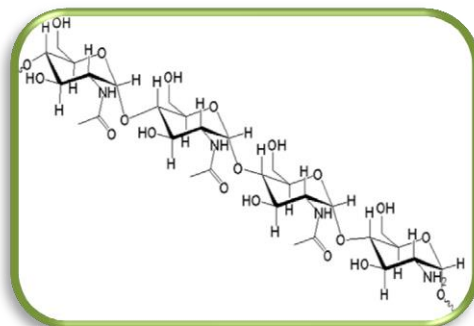


Figura 4: Representación de la quitina con DA de 0.66

El DA para el quitosano comercial esta reportado en un rango de entre el 2%-40%, con un peso molecular de entre 3800-500 g/mol^[15].

La quitina no es toxica y también puede funcionar como un adsorbente^[12]. Es un biopolímero insoluble debido a que posee una alta cristalinidad presentado hasta tres posibles formas polifórmicas que se diferencian entre sí por su ordenamiento, empaquetamiento, su origen y por la polaridad de las cadenas que están dentro de la celda cristalina^[15].

- * Alfa quitina: es la más abundante de las tres ya que se puede encontrar en la cutícula de artrópodos, en la pared celular de los hongos y algas, en los quistes de los Entamoebas y en la radícula y cutícula de los cefalópodos dibranquiados. Este tipo de quitina presenta una disposición antiparalela de las cadenas poliméricas. Es la quitina más fuerte ya que puede presentar puentes de hidrógeno intercatenarios e intracatenarios, la desventaja es que es menos soluble^[15].
- * Beta quitina: presenta un ordenamiento paralelo y más abierto de las cadenas poliméricas, es la quitina más soluble debido a que presenta interacciones débiles de puentes de hidrógeno, por tal motivo es más solubles en agua y disolventes orgánicos además de que tiene la capacidad de absorber agua, la desventaja es que es la menos abundante, se logra encontrar en la pluma de los calamares, en las espinas de diatomeas, braquiópodos, tubos de pogonóforos y vestimentíferos^[15].
- * Gamma quitina: presenta un ordenamiento un poco parecido al de la alfa quitina solo que en este caso las cadenas poliméricas se ordena dos cadenas paralelas en un sentido y la siguiente en sentido opuesto^[15].

El quitosano es el derivado más común de la quitina y se obtiene principalmente de la desacetilación de esta en medios básicos extremos debido a que existen tres factores de suma importancia que se pueden ver afectado si se emplea un medio ácido (figura 5).



- * La baja reactividad de la acetamida debida a la presencia de los grupos amida e hidroxilo en posición *trans* del carbono tres del anillo piranósico.
- * La presencia de grupos aceptores de protones como el hidroxilo, carbonilo y amida, los cuales pueden formar puentes de hidrógeno fácilmente.
- * El empaquetamiento de las cadenas poliméricas en el enrejado cristalino de la quitina que previene el acceso del álcali a los sitios activos, son factores por los cuales se prefiere empelar medios básicos extremos en la desacetilación de la quitina para obtener quitosano ^[15].

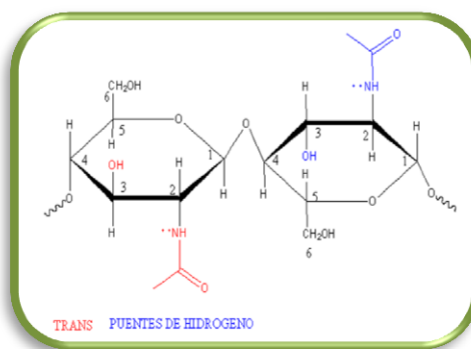


Figura 5: Estructura de la quitina mostrando en rojo los grupos en *trans*, y en azul los grupos que pueden formar puentes de hidrógeno

Quitosano.

El quitosano o *Chitosan* en inglés es el nombre que se le da a la quitina desacetilada, la cual se obtiene a partir de algunos tipos de hongos, algas ^[11], crisálidas del gusano de seda ^[11], insectos y en mayor proporción de los exoesqueletos de los crustáceos (camarón, jaiba, mejillones, langosta, etc...). La diferencia que se puede encontrar entre estos dos biopolímeros es que en la estructura de la quitina el grupo *N*-acetilglucosamina se encuentra en la mayoría de las unidades monoméricas que conforman las cadenas poliméricas; mientras que en el quitosano se puede encontrar que en la mayoría de las unidades monoméricas de la cadena polimérica predomina la glucosamina. La presencia de los grupos amino y e hidroxilo a lo largo de la cadena polimérica, hacen a que este sea susceptible a modificaciones químicas ^[10].

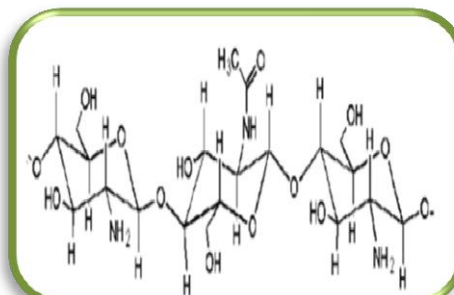
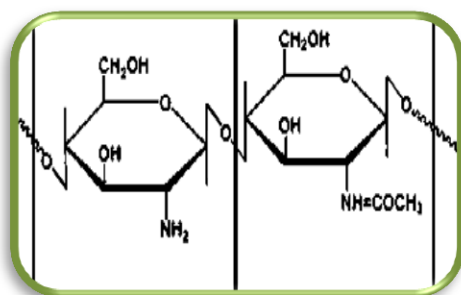




Figura 6: Unidad monómera del quitosano en proyección de Haworth y en conformación de silla

Como se puede apreciar en la figura 6 la estructura del quitosano nos deja ver que es un copolímero ya que está conformado por unidades de glucosamina y unidades *N*-acetil-D-glucosamina. El grado de desacetilización es la medida de grupos acetil-amino que se pueden encontrar dentro de la cadena polimérica, se considera que cuando la quitina posee un 50% de desacetilación ya se puede considerar como quitosano, sin embargo para que este tenga una mayor actividad biológica se cree que debe estar al 40% de desacetilación [7]. Cuando la quitina es desacetilada en un 100% se logra obtener el quitano [12] como se puede observar en la figura 7.

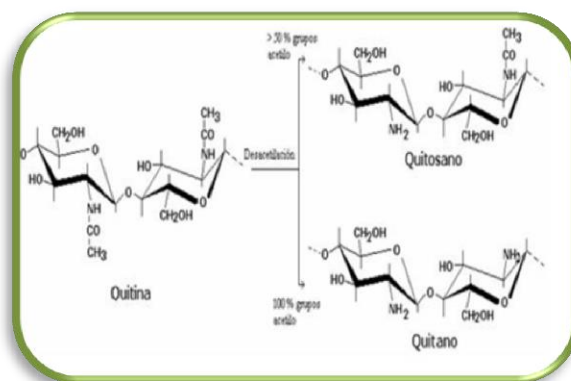


Figura 7: Comparación de la estructura de quitina, quitosano y quitano

El quitosano es un copolímero lineal que se puede encontrar en tres formas fundamentales:

- * Cristalina hidratada
- * Cristalina no hidratada
- * No cristalina o amorfas.

Estudios actuales han demostrado que las formas cristalinas anhidras no se disuelven con facilidad en disolventes tales como ácido acético diluido, mientras que en los estudios hechos por difracción de Rayos X las muestras de quitosano totalmente desacetilada prevalece la presencia de formas polimórficas hidratadas [7].

Propiedades del quitosano.

El quitosano es un polímero catiónico, debido que los grupos aminos libres que se encuentran a lo largo de la cadena polimérica poseen pares libres de electrones que en presencia de protones ácidos pueden ser protonados adquiriendo una carga formal positiva, lo que provoca que el quitosano se comporte como un polication, dicha característica hace que este biopolímero catiónico pueda enlazarse a lípidos, proteínas, colorantes (sustancias cargadas negativamente); al igual que esta propiedad hace que



pueda actuar como floculante, adsorbente y adherente, puede atrapar metales pesados. Debido a que la molécula del quitosano posee grupos con pares de electrones libres como los grupos hidroxilo y amino, su facilidad de formar puentes de hidrógeno con moléculas que posean hidrógenos ácidos es mucho mayor, por lo que puede poseer una estructura rígida y una buena estabilidad térmica llegando a descomponerse a 170 °C. ^[7].

El quitosano tiene la propiedad de impedir que los agentes patógenos como los virus, bacterias y hongos puedan crecer; así como también pueden activar la resistencia sistemática adquirida de las plantas que son mecanismos de defensa contra ataques de agentes externos. El mecanismo de defensa de manera natural funciona de la siguiente manera: un agente patógeno infecta a la planta provocándole un daño el cual queda guardado en la memoria de la planta y promueve a que esta active sus mecanismos de defensa contra ataques subsecuentes del agente patógeno, tanto en el punto de infección como en zonas distantes a este; mientras que el mecanismo de defensa con ayuda de una molécula inductora funciona de la siguiente manera: la molécula inductora como el quitosano, actúan dentro del organismo activando los mecanismos de resistencia sistemática adquirida de la planta contra el patógeno, retardando o impidiendo su entrada a ella ^[8]. Se ha demostrado que el quitosano con menor grado de desacetilación y mayor carácter catiónico presentan mayor actividad inhibitoria en el crecimiento de hongos; mientras que para hacer que el quitosano sea un buen antibacteriano, el pH debe estar por debajo de 6, debido a que a este valor es soluble y puede actuar mejor sobre la superficie externa de la bacteria, la cual está cargada negativamente causando aglutinación ^[7].

Este biopolímero presenta un alto peso molecular y una estructura lineal no ramificada lo que le proporciona viscosidad en medios ligeramente ácidos, esta propiedad puede aumentar al incrementar su concentración en una solución pero disminuye cuando el grado de desacetilación y la temperatura aumentan en la solución ^[9]. El quitosano con un bajo peso molecular presenta baja viscosidad, llegando a ser soluble en soluciones acuosas neutras ^[12].

El quitosano es soluble en soluciones ácidas diluidas con pH debajo de 6, debido a que este es una base fuerte que posee aminas primarias con valores de pKa de 6.3, siendo este factor dependiente del grado de *N*-acetilación, mientras que la solubilidad es dependiente del grado de desacetilación así como del método empleado para desacetilar la quitina. La presencia de estos grupos aminos a lo largo de la cadena polimérica indican que el pH puede alterar el estado de la carga del polímero, ya que a pH bajos las aminas se protonan convirtiendo al quitosano en un polication soluble en soluciones ácidas de ácido acético, fórmico y láctico; mientras que a pH altos las aminas se desprotonan y hacen que se convierta en un polímero insoluble ^[12]. Así por lo tanto, la solubilidad de este biopolímero es una propiedad muy importante ya que también nos permite diferenciar entre quitina y quitosano, debido a que el segundo se puede disolver en ácidos diluidos al 1%- 3% dejando ver que es un quitosano bien preparado; otro aspecto que hace notable la diferencia es que la solución de quitosano con ácidos diluidos, es viscosa y totalmente transparente ^[13].



Tanto el quitosano como la quitina son biocompatible, biodegradables y no presenta toxicidad.

Fuentes naturales de quitina y quitosano.

Como ya se ha mencionado anteriormente estos biopolímeros los podemos encontrar en insectos, hongos, algas y en los exoesqueletos de los crustáceos.

Es muy importante el conocer la cantidad que poseen estas fuentes naturales de quitina ya que a partir de esta se logrará obtener el quitosano; sin embargo también hay especies que poseen en su composición quitosano.

El camarón contiene 14%-27% de quitina en su composición, el cangrejo contiene 13%-15% de quitina, las almejas y ostras contienen 6%-4% de quitina. Los calamares contienen de entre el 16%-19% de quitina en sus plumas ^[14].

La cantidad de quitina y de los demás componentes que poseen cada familia de las antes mencionadas, pueden variar según la especie de la cual se está hablando, esto se encuentra en la siguiente tabla 2:

Tabla 2: Composición química en porcentaje de algunas especies contenedoras de quitina Peniche, 2006

Composición química en %						
Origen:		Humedad	proteínas	cenizas	lípidos	quitina
Familia	Especie					
Caparazones de jaiba y cangrejo	<i>Callinectes sapidus</i>	46.8	7	38.5	0.4	7.3
	<i>Paralithodes camtschaticus</i>	50	11	23	0.5	15.5
	<i>Chionectes opolio</i>		10.3	57.9	1.35	26.65
Camarón langostino	<i>Penaeus spp cabeza</i>	77.04	12.9	5.2	2.06	2.8
	<i>Penaeus spp cascara</i>	65	22.1	9.2	0.5	6.2
Krill	<i>Euphasia superba</i>		41	23	11.6	24
Langosta	<i>Linuparus trigonus</i>	13.5	17.0	54.7		
	<i>Panulirus argus</i>	11.8	11.0-14.0	55.0		10.6
Pluma de calamar	<i>Dosidicus gigans</i>	60	24.16	0.4	0.26	18.9
	<i>Loligo spp</i>	50	32.75	0.25		17

De todas estas especies en específico sobresalen la jaiba, la langosta y el camarón ya que se reporta que en ellos hay una mayor cantidad de quitina.



En las paredes celulares de algunos hongos y plantas se pueden encontrar quitosano, tales como: el *Mucor rouxi* con un 30% de quitosano y la *Choanephora cucurbitarum* con 20% [14].

Métodos de extracción de quitosano.

El comportamiento físico químico del quitosano dependerá en gran medida de los siguientes aspectos:

Origen: Se refiere al quitosano que proviene de crustáceos, moluscos, hongos, insectos, etc., las propiedades de este pueden variar [10].

La forma de extracción de la quitina:

- * Método químico en caliente: a las cascaras de los crustáceos se les realiza una desmineralización ácida a altas temperaturas, posteriormente se realiza una desproteínización con hidróxido de potasio o sodio.
- * Fermentación láctica: se realiza una fermentación con ácido láctico al 1% de la cascara, en donde las bacterias lácticas liberan la quitina y un licor que contiene minerales, pigmentos, proteínas y nutrientes [13].
- * Extracción por enzimas: la desproteínización y la desmineralización se puede hacer mediante el uso de enzimas comerciales tales como: papaína, alcalasa, neutrasa y tripsina [13].
- * Método químico en frío: se realiza una desmineralización a bajas temperaturas con ácidos inorgánicos, posteriormente se realiza una desproteínización con hidróxido [14].
- * Método con otros reactivos: los residuos de crustáceos se agregan en una mezcla de metanol, agua y cloruro de calcio [13].

La forma de desacetilar la quitina: este paso se debe cuidar muy bien ya que si se aplican condiciones extremas (altas temperaturas y tiempos prolongados) se puede llegar a la ruptura de la cadena principal provocando una baja viscosidad del quitosano en soluciones de ácidos diluidos.

- * Conversión de quitina en quitosano por una hidrólisis básica: mediante un tratamiento básico concentrado de la quitina a 100 °C [7].
- * Conversión de quitina en quitosano por una hidrólisis ácida: mediante un tratamiento ácido concentrado de la quitina a altas temperaturas, sin embargo este método no es tan recomendado ya que puede hidrolizar al polisacárido y bajar los rendimientos del producto final [7].
- * Quitosano totalmente desacetilada, para hacer la acetilación parcial homogénea en disolución metanólica de ácido acético, el único inconveniente de esta reacción



es que el lograr quitosano totalmente desacetilada puede provocar rupturas de los enlaces glicosídicos alternado del peso molecular del producto final ^[7].

- * Método enzimático: la quitina se somete a un proceso de desacetilación con una enzima bajo las condiciones apropiadas para conservar la enzima sin desnaturalizarla. Las enzimas empleadas son: las quitina desacetilasas (*Zygomycetes*, *Deuteromycetes*, *Lindemuthianum*) o las Xilan estereasa ^[13].
- * Desacetilación homogénea bajo atmosfera inerte: se realiza con hidróxido de sodio o potasio al 60% a 140 °C por tiempos cortos y para evitar la degradación del polímero se agrega NaBH₄ y tiofenol bajo una atmosfera inerte de nitrógeno ^[13].
- * Bajo presión: se trata la quitina con sosa al 50% en solución, bajo una presión de 15 psi/ 120 °C por 15 minutos ^[13].
- * Agregando disolventes orgánicos al medio alcalino: se agrega la quitina en un medio básico y además un disolvente orgánico el cual puede ser: isopropanol, 2-metil-2-propanol, o acetona ^[13].
- * Método con microondas: la quitina extraída por el método químico se agrega en una solución de hidróxido a 50% de concentración bajo irradiación con microondas por un tiempo de 10 minutos ^[13].
- * Desacetilación homogénea: la quitina se suspende en un álcali y la suspensión es refrigerada con hielo para disolverla, posteriormente a temperatura ambiente se desacetila la solución por periodos de tiempo prolongados ^[14].
- * Desacetilación heterogénea: la quitina se dispersa en una solución alcalina caliente en compañía de un agente antioxidante para evitar la despolimerización ^[14].

Aplicaciones del quitosano.

El quitosano comercial se ha empelado en:

- * Medicina y farmacia: se empela para la fabricación de suturas quirúrgicas, apósitos, como encapsulante de fármacos, atrapa el colesterol, y los triglicéridos, regulador de peso corporal y de la presión arterial ^[9]. También se ha empleado como película de quitosano para el tratamiento y regeneración de la piel con quemaduras ^[10], como componente de compuestos en cementos para rellenos óseos ^[11], producción de gasas de quitosano, cremas bactericida, hilos de sutura, esponjas y vendajes biodegradables ^[14].
- * Odontología: en cirugías periodontales utilizado como hidrogel inyectable ^[11].



- * Alimentos: para la elaboración de empaques o de recubrimientos comestibles con funciones antibacterianas aumentando así la vida de anaquel de productos hortofrutícolas y carnes; además atrapa la grasa, da consistencia a los alimentos. También se emplea como agente clarificante de vinos, jugos y bebidas ^[6], espesante de alimentos, gelificante ^[13].
- * Industria de los cosméticos: sirve como humectante en las cremas, da protección brillo al cabello ^[9].
- * Industria papelera: da resistencia y consistencia al papel ^[9]. También se está produciendo papel puro de quitosano el cual puede sustituir a la celulosa para la fabricación del papel, evitando así la tala de árboles ^[10].
- * Polímeros: plástico biodegradable ^[9].
- * Textiles: es un buen agente antibiótico y acondicionador en fibras textiles ^[9], evita el encogimiento de los tejidos, fijan el color, impermeabiliza los algodones y linos ^[13].
- * Ingeniería ambiental: se emplea en el desarrollo de los procesos de adsorción y remoción de pigmentos, fenoles ^[10], bisfenoles policlorados ^[10], proteínas ^[10], metales pesados, para formar estructuras de soporte para inmovilizar microorganismos y enzimas ^[6], como agente quelante controlando la contaminación del agua ^[10].
- * Agrícola: es considerado como un fitoestimulante empleado en la formulación contra plagas, fertilizantes y como recubrimiento de semillas para favorecer su germinación ^[6]. Las bases de Schiff de los derivados de quitosano han sido empelados como antifúngicos ^[10].
- * Biosensores: como soporte inmovilizador de enzimas, sensores para glucosa en sangre, para detección de fenoles en aguas ^[14].
- * Biotecnología: en la separación de proteínas, cromatografía y recuperación celular ^[14].



Caracterización del quitosano.

- **Generalidades.**

El quitosano tiene la propiedad de poder ser caracterizado por diferentes técnicas que nos permiten conocer la estructura, viscosidad, composición, morfología, tamaño de la partícula, identificación de los grupos funcionales que lo conforman, etc...

La espectroscopía de absorción es el estudio de la relación que se presenta entre la cantidad de luz que absorbe una muestra en función de la longitud de onda de la luz. El principio básico consiste en irradiar a la muestra con una fuente de luz y la cantidad de esta que la muestra logre absorber, así como también la cantidad de luz que se logre emitir a varias longitudes de onda, serán medidas por un detector, para que después este dato sea traducido en un gráfico para facilitar más su interpretación. Se debe hacer una diferencia importante entre lo que es fotón, la longitud de onda y la frecuencia ya que estos son términos muy importantes dentro de la espectroscopía de absorción [16].

Frecuencia (ν): se define como el número de ondas que pasan a través de un punto fijo por segundo. El intervalo de todas las frecuencias se llama espectro electromagnético, el cual se puede apreciar en la tabla 4.

Longitud de onda (λ): es la distancia que existe entre dos picos de una onda.

Fotón: las ondas electromagnéticas viajan en forma de fotones, los cuales son cúmulos de energía [16].

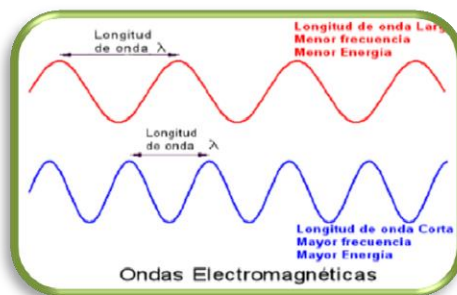


Figura 8: Representación de la longitud de onda y frecuencia.

Observando la figura 8, podemos intuir que la frecuencia y la energía son inversamente proporcionales a la longitud de onda, es decir si se tiene grandes frecuencias se tendrá una gran cantidad de fotones viajando en pequeñas longitudes de onda.

La longitud de onda y la frecuencia se pueden relacionar a partir de la siguiente ecuación [16].

$$\lambda = \frac{c}{\nu}$$

Dónde:

λ = longitud de onda expresada en m



c = velocidad de la luz expresada en m/s

ν = frecuencia expresada en s^{-1}

Si deseamos relacionar la frecuencia con la longitud de onda y la energía se utiliza la siguiente ecuación ^[16]:

$$\varepsilon = h\nu = \frac{ch}{\lambda}$$

Dónde:

λ = longitud de onda expresada en m

c = velocidad de la luz expresada en m/s

ν = frecuencia expresada en s^{-1}


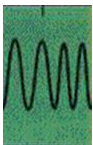


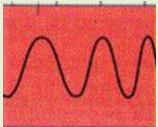

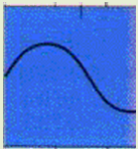
h = constante de Planck expresada en 6.62×10^{-34} J s

ε = energía de un fotón

Esta fórmula nos dice cuánta energía posee un fotón a una determinada frecuencia. Aquí podemos agregar que la longitud de onda es inversamente proporcional a la frecuencia y a su energía.



Tabla 3: tabla del espectro electromagnético Wade 2004

radiación	Longitud de onda (λ)	frecuencia Hz	Energía Kcal/mol	Efectos moleculares
Rayos gamma (γ)	10 nm-0.05 nm 	10^{22} - 10^{20}	10^6	ionización
Rayos X	10nm -0.05 nm 	10^{20} - 10^{16}	10^4	ionización
UV cercano	200 nm-400 nm 	10^{16} - 10^{15}	10^2	transiciones electrónicas
visible	400 nm-800 nm 	10^{15} - 10^{14}	10	transiciones electrónicas
Infrarrojo IR	400 cm^{-1} - 4000 cm^{-1} 	10^{14} - 10^{11}	1	vibraciones moleculares
microondas	0.033 cm^{-1} - 10 cm^{-1} 	10^{11} - 10^9	10^{-2} - 10^{-4}	movimientos rotacionales
radio	0 cm^{-1} - 0.033 cm^{-1} 	10^9 - 10^4	10^{-6}	transición de espín nuclear (RMN)



- **Métodos más empleados en la caracterización de quitosano.**

* Espectroscopía Infrarrojo (IR): la región del infrarrojo es aquella que como se puede observar en la tabla 4 se encuentra entre la región del visible y la región de las microondas. Las ondas que emite esta región son de menor frecuencia y energía pero mayor longitud de onda a comparación de las que emite la región del UV- Vis. El compuesto posee dos estados energéticos vibracionales: uno de alta energía (estado excitado) y uno de baja energía (basal). Cuando a la muestra se le hace incidir una energía externa, se está promoviendo la transición electrónica de un estado vibracional de baja energía a un estado vibracional de alta energía.

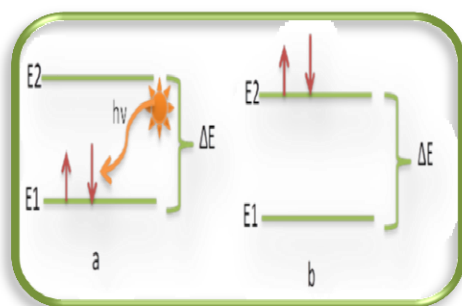


Figura 9: Representación de la transición electrónica de un estado de baja energía (a) a un estado de alta energía (b), al ser irradiado con energía y es en ese momento cuando se emite la señal. Posteriormente regresará a su estado basal

Esta espectroscopia nos dice que grupos funcionales posee nuestra muestra basándose en las vibraciones intermoleculares (respecto a sus enlaces) tales como: tensión (simétrica cuando los dos átomos de un enlace se alargan al mismo tiempo; y asimétrica cuando un átomo se alarga y el otro se acorta al mismo tiempo), flexión (tijera, rocking, aleteo y balanceo); siendo el primero el que necesita de mayor energía por lo que aparecen a mayores números de onda. La fuerza con la que estos enlaces logran vibrar definirá su posición dentro de le espectro infrarrojo, ya que si el enlace es muy fuerte (acetilenos) se necesitara de mayor energía para poder hacerlo vibrar y por ende se encontrará en regiones de alta energía o de mayor número de onda; otro factor importante a considerar es la diferencia del momento dipolar ya que este nos da la intensidad con las que aparecerá las bandas en espectro de infrarrojo, si se tiene un momento dipolar igual cero (molécula asimétrica) entonces las señales correspondientes a esta vibración pueden no aparecer en el espectro. Otros factores de gran importancia en esta técnica son la geometría molecular, el acoplamiento vibracional y las masas de los átomos que están enlazados ^[16].



Tabla 4: Frecuencias de vibración en cm^{-1} de los grupos funcionales principales del quitosano y quitina
 Datos sacados de tablas de valores del departamento de química UNAM

Grupo funcional	Numero de onda cm^{-1}	forma	intensidad
OH	1º Tensión: 3640 2º Tensión: 3630 Polimérico: 3400-3200 Flexión: 1400-1300	Ancha Ancha Ancha Aguda	Fuertes Fuertes Fuertes Mediana
C-OH	1º tensión: 1075-1025 2º tensión: 1150-1100	Mediana Mediana	Mediana Mediana
HOH	Tensión: 3600-3100 Flexión: 1640-1615	Ancha Aguda	Fuertes Mediana
NH₂ -NH	Tensión: 3500 Flexión: 1640-1560 y 900-650 De amida tensión: 3500	Ancha con dos pico Mediana con un pico y Ancha Mediana	Mediana a débil Fuertes Fuertes Fuertes
	Tensión: 1640-1680	Agudas	Fuertes
C-N	Amida Tensión: 1320 Amina tensión: 1280-1180	Aguda Aguda	Mediana Mediana
CH₂	Tensión (s): 2865-2845 Tensión (as): 2935-2195 Flexión Tijera: 1450	Agudas Agudas Aguda	Fuertes Fuertes Mediana
	Tensión: 2890 Flexión: 1340	Agudas Agudas	Débil Débil
CH₂-CO- (metilo activado)	Flexión: 1465-1380	Agudas	Fuertes
C-O	Tensión: 1000-1200	Aguda	Fuertes



- * Microscopía Electrónica de Barrido (MEB): esta técnica nos permite conocer las propiedades fisicoquímicas de una muestra si como una imagen de la superficie de la muestra. En esta técnica las muestras son irradiadas con un pequeño haz de electrones acelerado y focalizado en una zona específica de la superficie de la muestra, por unos lentes electromagnéticos, la interacción entre la muestra y los electrones genera corrientes eléctricas que son identificadas por los detectores y traducen estas señales en una imagen amplia de la zona irradiada^[19].

La interacción entre la muestra y el haz de electrones, o entre los mismos electrones pueden producir dos fenómenos de gran importancia en esta técnica: la interacción elástica e inelástica; la primera de ellas consiste en que el núcleo desvíe el ángulo de trayectoria del electrón que es irradiado (debido al intenso campo colombiano del núcleo), sin que esta transfiera energía al electrón en el proceso de este fenómeno. Algunos electrones serán dispersados en ángulos mayores a 90° originando una imagen de electrones retrodispersados o de contraste composicional, que nos indica de manera cualitativa si tenemos muestras con elementos de bajo número atómico (zonas más oscuras en la imagen) o de alto número atómico (zonas más brillantes en la imagen). La interacción inelástica se produce cuando un electrón del haz incidente interacciona con algún electrón de un nivel interno o externo del átomo, provocando que el primero le transfiera energía al segundo para que este logre una transición electrónica a un nivel de mayor energía y que cuando regresa a su estado original emite un rayo X y un electrón Auger (es un segundo electrón que sale del átomo cuando un electrón pasa de un estado excitado a un estado basal)^[19].

Se puede aumentar la resolución de imagen cuando se disminuye el diámetro del haz y esto se logra cuando se aumenta el brillo, con ayuda de filamentos de hexaboruro de lantano o con filamentos de emisión de campo ideales para muestras poco conductoras^[19].

- * Difracción de Rayos – X: son radiaciones de menor longitud de onda pero altas energías y frecuencia, este fenómeno se debe a que los átomos presentan cambios en su composición electrónica, los cuales pueden ser reversibles. Este tipo de radiación se genera cuando se bombardea a un metal de número atómico elevado, con electrones que viajan a una gran velocidad; estos interaccionan con los electrones del metal que están en un nivel intermedio, esto provoca que se origine una transición electrónica de los niveles más altos a los niveles inferiores que han quedado vacíos, cada transición produce un rayo X y la diferencia energética entre los dos niveles que participan en el proceso será la energía del mismo^[17].



- * **Análisis Termogravimétrico (TGA):** Esta técnica mide el cambio de masa de una muestra mientras se somete a un programa de temperatura controlado en una atmósfera definida. Esta técnica se emplea en el estudio de aquellos procesos térmicos que llevan asociados cambios en la masa (descomposición, sublimación, vaporización, oxidación, desorción).

Permite conocer como varia la masa de una muestra cuando es sometida a cambios de temperaturas o de tiempos. La muestra que puede estar en estado sólido (seca o húmeda) o líquida, es pesada al inicio durante y al final del proceso en una balanza acoplada al equipo pero que se encuentra cubierta por un cabina que funciona como aislante térmico, posteriormente se colócala la muestra en un contenedor (este debe ser apropiado para el rango de temperatura que se va a trabajar), que a su vez es depositado sobre una plataforma; una vez aquí será transportado hasta una cámara en donde se encuentra el horno, cabe señalar que en esta cámara hay un sensor que se encarga de cuidar de que la temperatura no se eleve demasiado de lo que se ha establecido. Las variaciones del peso con respecto al cambio de temperatura son registradas en un termograma que es creado por un software ^[20].

- * **Grado de Desacetilación (GD):** El cálculo del grado de desacetilación mediante un método potenciométrico consiste en disolver la muestra de quitosano en HCl al 0.3 M, hasta obtener una solución trasparente la cual es valorada con una solución de NaOH al 0.3 M. durante a adición la solución de quitosano debe estar bajo agitación constante para evitar así que biopolímero se precipite e interfiera en las mediciones del pH, que se medirán cada dos mililitros de base añadida. Con los datos obtenidos se graficaran el pH vs volumen de NaOH añadido, obteniendo así una curva que tendrá dos puntos de inflexión, siendo la diferencia que hay entre estos dos puntos la cantidad de ácido que requiere el biopolímero para protonar sus grupos amino libres. Con ayuda de la siguiente formula se lograra calcular el %GD ^[25].

$$\%GD = \frac{16.1 * (y - x)}{m} * f$$

Dónde:

y = punto de inflexión mayor.

x = punto de menor inflexión.

F= molaridad de la solución de NaOH en molaridad.

M= masa de la muestra en gramos.

16.1= constante que representa el valor del miliequivalente entre ácido clorhídrico y quitosano.



Contaminación del agua.

En México la industria, la agricultura, el consumo personal, y la generación de energía son las actividades en donde se emplea con mayor frecuencia el agua por ejemplo, para el consumo humano se destinan 380 litros de agua por persona, mientras que los alimentos que esta persona necesita requieren para su elaboración, de más litros de agua como por ejemplo una pieza de pan de 30 g necesita de 40 litros para su elaboración, para la producción de un kilo de arroz se requiere de 3500 litros y para un kilo de carne se necesitan de 15 mil litros de agua; al mismo tiempo el gasto de agua que se realiza para fabricar productos de uso cotidiano implica un gran gasto de agua como por ejemplo para elaborar una hoja de papel se emplean 10 litros y para fabricar 500 g de plástico se necesitan de 91 litros ^[23].

Todos los productos que se generan en la industria son de uso común e incluso algunos son de uso indispensable para el ser humano, pero la fabricación de estos productos implica un gasto excesivo de agua y la generación de residuos que son difíciles de eliminar ya que pueden llegar a contener subproductos del proceso que son resistentes a la degradación y que terminan siendo vertidos sobre depósitos de aguas, lagos, ríos o aguas subterráneas, convirtiéndose así en un peligro latente para las personas que viven cerca de estos lugares y que pone en riesgo su salud e incluso su vida.

La industria textil genera una gran cantidad de residuos que se descartan directamente al agua o por consecuencia de los desechos que se producen durante el proceso de tinción de la prendas.

Los colorantes son sustancias que dan color a algún producto que es incoloro, esta propiedad se debe a que dentro de su composición se encuentran los grupos cromóforos quienes son los encargados de absorber una cierta longitud de onda del rango del UV-Vis y emite las demás longitudes que no fueron absorbidas originando así el color que se observa del colorante; otro componente de gran importancia en estas sustancias son los auxocromos, los cuales le da la propiedad de intensificar el color y le dan afinidad al colorante por las fibras; la presencia de iones de cloruro de amonio, óxido de sodio, sulfito de sodio los cuales funcionan como un solubilizador, que hace al colorante a fin a los disolventes ^[26].



Tabla 5: Contaminantes más comunes que se pueden encontrar en el agua. Manahan. 2007

Contaminante	Descripción
Colorantes	Estos pueden ser: Naturales, sintéticos, orgánicos e inorgánicos, sulfuroso, tina, reactivos directos.
Elementos traza	elementos con bajos niveles de concentración en un sistema dado, (Ar, Be, B, Cu, Cr, F, Fe, Mg, Hg, Mo, Pb, I, Se, Zn)
Metales pesados	En general se encuentran los metales de transición (Fe, Cd, Hg), así como algunos elementos representativos (Pb, Sn)
Contaminantes inorgánicos (procesos industriales)	H ₂ S (desechos de la producción de papel, tejidos), CO ₂ libre (debido a la descomposición de materia orgánica), NO ₂ ⁻ (evita la corrosión de algún proceso), SO ₃ ²⁻ (atrapador de oxígeno), ClO ₄ ⁻ (oxidante en los propulsores solidos de cohetes).
Asbesto	Es muy toxico si es inhalado ya que provoca cáncer de 20 a 30 años después de la exposición.
Nutrientes de algas (eutrofización)	Se refiere al crecimiento excesivo de las plantas acuáticas en los lagos o depósitos. Cuando estas mueren se descomponen agotando el oxígeno del agua, provocando la muerte de varias especies marinas
Sustancias que dan acidez, alcalinidad, salinidad	Acidez pH >3: proviene del desagüe o drenaje acido de minas, oxidación microbiana de pirita (H ₂ SO ₄). Alcalinidad pH 14: el suelo y estratos minerales son alcalinos, la exposición del a capa superficial alcalina de las minas a cielo abierto a las aguas superficiales o subterráneas. Salinidad: en los procesos de suavizadores de aguas, lixiviados, irrigación y producción agrícola intensiva.
Contaminantes orgánicos	Bacterias que usan oxígeno (empleadas para biodegradar desperdicios pero que agotan el oxígeno del agua), solventes orgánicos, compuestos bromados, clorados y florados, petróleo, materia orgánica, medicamentos, detergentes, plaguicidas y plásticos.
Agentes patógenos:	Bacterias, virus y parásitos.

Los colorantes no son los únicos que pueden proporcionar color a las sustancias, de igual manera los pigmentos proporciona color a algún objeto incoloro mediante la absorción selectiva de la luz. Este tipo de sustancias son insolubles en el medio de aplicación por lo que permanecen como partículas sólidas dispersadas en el medio, es por ello que son muy empleados en pinturas, tintas ^[27]. Por otro lado los colorantes son muy solubles en el medio de dispersión, siendo el agua el mejor disolvente para estas sustancias, sin embargo debido a su composición pueden ser resistentes al ataque de sustancias químicas o a los procesos de degradación ^[26].



Tabla 6: Clasificación de los colorantes según su origen, familia, y modo de uso. Datos sacados de la conferencia de química orgánica en la vida cotidiana, BUAP 2015

clasificación	tipo	notas
origen	Sintéticos	<p>Son aquellos que se obtuvieron de manera artificial mediante una síntesis en el laboratorio, son más que los naturales a la luz, a los cambios de pH, y temperaturas.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> Neg </div> <div style="text-align: center;"> Eritrosina </div> <div style="text-align: center;"> Indigotina </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 10px;"> Antocianidinas </div>
	Naturales	<p>Compuestos que se encuentran presentes en las, frutas, plantas, la sangre y que les proporciona el color</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> Carotenos </div> <div style="text-align: center;"> Grupo hemo </div> </div>
Composición estructural	familia <i>Grupo cromóforo</i>	
	Azoicos	<p>Díazo</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> Naranja de metileno </div> <p>Colores: rojo, naranja, amarillo, azul, negro, verde. Se emplean como indicadores, fibras, pigmentos si es insoluble en agua, colorante si es soluble en agua</p>
	Índolicos	<p>Índigo</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> Tioíndigo </div> <p>Colores: púrpura, azul, se para teñir fibras por interacciones electroestáticas. empela</p>
	antraquinonas	<p>Antraquinona</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> Alizarina </div> <p>Colores: rojo azul, violeta, marrón, negro, rosa, amarillo y turquesa. Se emplean para teñir al mordiente las fibras, jabones, tintas, madera.</p>
	Triarilmetina	<p>catión triarilmetina</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> Fenolftaleína indicadores de pH. </div> <p>Colores brillantes: rojo, violeta de cristal, verde malaquita, azul ácido 9, amarillo básico 2. Utilizado en el teñido de la seda y el algodón al mordiente, para el papel, tintas, cosméticos,</p>
Modo de uso	técnica	
	En disolución: el colorante es solubilizado en un disolvente orgánico y luego se aplica sobre el objeto incoloro.	
	Ingráña: el colorante es aplicado antes de que se teja la tela.	
	Al mordiente: Este tipo de cromóforos son empleados junto con algún metal como Al (III), Mg (II) o Cr (III), debido a que por sí solo el colorante no puede formar los enlaces salinos con ciertas fibras, por lo que necesita de un compuesto que haga de enlace entre el colorante y la fibra.	
	Directo: el colorante se adhiere a la fibra de manera directa mediante interacciones electroestáticas.	
A la tina: el colorante se reduce hasta que se vuelve incoloro y se comienza adherir a la fibra, posteriormente se oxida el colorante para devolverle el color.		



Los colorantes los podemos clasificar de diversas maneras, según su origen puede ser naturales o sintéticos, según su composición estructural se clasifican de acuerdo al grupo cromóforo responsable de aportar el color ejemplo el grupo azo, antraquinona, índigo, y el catión triarilmetina; otra manera de clasificarlos es según su la forma en cómo deben ser empleados para la tinción: tales como los métodos directos, empelando un mordiente, al igrain, en una solución, y dispersiones coloidales de los colorantes ^[27].

Tratamientos de aguas contaminadas con colorantes.

En la actualidad existen muchos métodos físico y químicos encargados de remover colorantes de aguas que están contaminadas con ellos, sin embargo el empleo de estos métodos en ocasiones resulta más contraproducente ya que se emplean una gran cantidad reactivos químicos para tratar de eliminar la mayor cantidad de colorante, lo que puede resultar en un exceso de químicos que pueden reaccionar con algún otro compuesto que se haya formado en el agua y originar subproductos tóxicos y que no son biodegradables, además de que los colorantes son muy solubles en el agua por lo que su remoción no es tan fácil por metros físicos, los cuales garantizan solo eliminar una cierta cantidad de ellos. Por otro lado existen otros métodos que son muy buenos en la remoción de colorantes de las aguas, pero el inconveniente con estos métodos es que son muy costosos y en algunas zonas su empleo no es viable, debido a la economía.

Los métodos biológicos son otra alternativa para el tratamiento de las aguas contaminadas con colorantes; en este tipo de métodos se emplean microorganismo que reaccionan con los compuestos que conforman a los colorantes y así poder reducirlos a formas más sencillas y fáciles de degradar. Estos métodos pueden aeróbicos o anaeróbicos.



Tabla 7: Métodos químicos de tratamientos de aguas contaminadas con colorantes

Tipo de método	método		Ventajas y desventajas	referencia
químico	Oxidación: empleo de un agente oxidante que rompe los anillos aromáticos.	Peróxido de hidrogeno	Es activado con luz UV. Produce aminas aromáticas	Castillo, <i>et al.</i> 2004. Martínez, González, Coronel, Castro, Villagómez, <i>et al.</i> 2012. Garzón, <i>et al.</i> 2009
		Hipoclorito de odio	No aplica para colorantes dispersos. Produce aminas aromáticas.	
	Reactivo fenton: formación de una biomasa viva a partir de la mezcla de peróxido de hidrogeno con sulfato ferroso.		Cambios en la estructura de compuestos orgánicos. Menos toxicidad. Produce residuos no deseados.	Garzón, <i>et al.</i> 2009
	Ozonificación: empleo de ozono como agente oxidante	Directamente: ataque directo del ozono en el centro nucleófilico con dobles o triples enlaces C-C, N-N	Degrada hidrocarburos clorados, fenoles, pesticidas y aromáticos. Decoloración del efluente. Generación de subproductos nocivos.	Castillo, <i>et al.</i> 2004. Garzón, <i>et al.</i> 2009
		Indirectamente: vía radicales libres.		
	Electroquímico: empleo de tratamientos electroquímicos.		No genera subproductos. Muy eficiente en la remoción de colorantes. Altos costos.	Martínez, González, Coronel, Castro, Villagómez, <i>et al.</i> 2012. Garzón, <i>et al.</i> 2009.
Fotoquímico: empleo de luz UV y peróxido de hidrógeno		Oxidación de la materia orgánica. Ausencia de lodos. Altos costos. Producción de subproductos. Aplica con baja concentración de colorantes.	Garzón, <i>et al.</i> 2009. Martínez, González, Coronel, Castro, Villagómez, <i>et al.</i> 2012.	



Tabla 8: Métodos físicos de tratamientos de aguas contaminadas con colorantes

Tipo de método	método	Ventajas y desventajas	Referencia
físico	Adsorción: intercambio iónico entre el colorante y un agente removedor o decolorante.	Carbón activado DECOLORACIÓN.	Remueve colorantes catiónicos y ácidos. No remueve bien los colorantes tipos dispersos, directos y pigmentos. Altos costos. No se regenera al 100%
		Viruta DECOLORACIÓN.	No es muy eficiente. Mucho tiempo de contacto.
		Gel de silicona. REMOCIÓN.	No aplica para todos los colorantes. Para colorantes básicos.
		Turba DECOLORACIÓN.	Bajos costos. No se tiene que activar.
		Material orgánico. DECOLORACIÓN.	Reusable. Regeneración al 100%. Bajo costo.
	Coagulación electrónica: empleo de sulfato ferroso y cloruro ferroso.	Bueno para colorantes directos. Malo para colorantes ácidos. Alto costos	Castillo, <i>et al.</i> 2004. Garzón, <i>et al.</i> 2009
	Membranas de filtración: empleo de membranas que clarifican, concentran y separan los colorantes.	Remoción de colorantes en bajas concentraciones. Resistente a ataque microbiano. Altos costos.	Castillo, <i>et al.</i> 2004. Martínez, González, Coronel, Castro, Villagómez, <i>et al.</i> 2012. Garzón, <i>et al.</i> 2009.
	Intercambio iónico: empleo de especies iónicas.	Para colorantes catiónicos y aniónicos. Los disolventes se regeneran. Disolventes caros.	Martínez, González, Coronel, Castro, Villagómez, <i>et al.</i> 2012.

A large, faint, light-green watermark of the seal of the Universidad Autónoma de Tlaxcala is centered in the background. The seal is circular and contains the text 'UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE TLAXCALA' around the top and '1578' at the bottom. In the center of the seal is a shield with a figure holding a staff and a book, with a sun and a moon above it.

Capítulo II: Metodología.



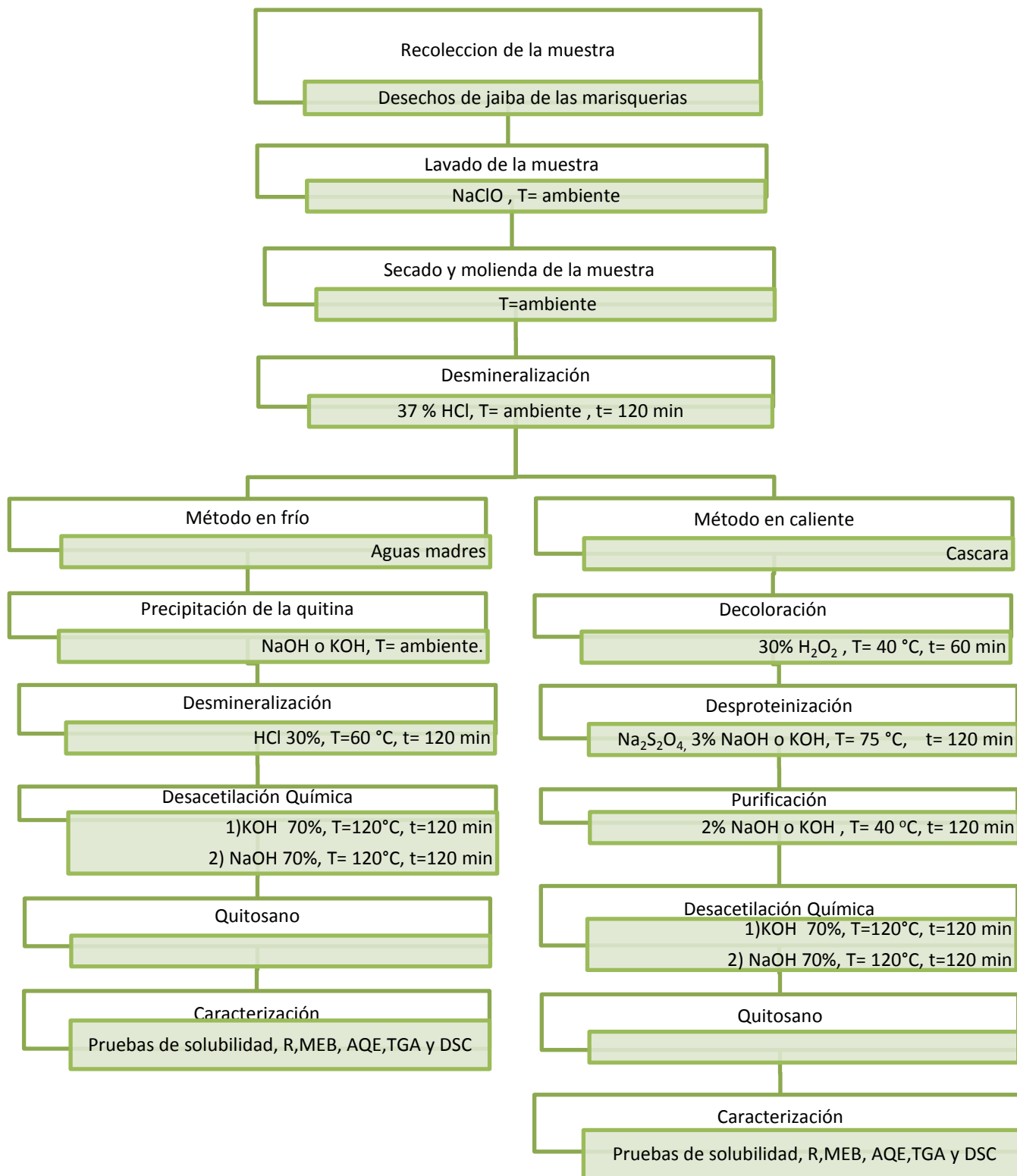
Material y Reactivos

Tabla 9: Tabla de reactivos y material empelados durante la metodología

Reactivo	Material
Hidróxio de sodio	Balanza Analítica
Ácido clorhídrico	Parilla
Ácido acético	Agitadores de vidrio y barras magnéticas
Peróxido de hidrógeno	Matraz Erlenmeyer de 500 mL,
Bisulfito de sodio	Vasos de precipitados
Hidróxido de potasio	Pipetas
Glutaraldehído	Probetas
Colorante marca mariposa	Büchner, kitazato



Diagrama de trabajo





Metodología

El método que se siguió fue el siguiente:

Sobre un baño de agua fría se coloca un vaso de precipitados, al cual se le colocó 50 gr de desecho de jaiba (seca y triturada) y se le agregó de 5 en 5 mL de ácido clorhídrico concentrado hasta a completar 50 mL, la reacción se dejó por un tiempo de 10 minutos a una temperatura de 5°C como se muestra en la figura 10, transcurrido este tiempo se agregó agua destilada en proporción 1:3 agua /ácido, esta solución se filtró al vacío como se muestra en la figura 11.



Figura 10: Desmineralización de la jaiba



Figura 11: Filtrado de la cascara desmineralizada

Las aguas madres que se obtuvieron del filtrado se le agregó una solución de hidróxido de sodio o de potasio al 70%, hasta que dejó de formarse un precipitado blanco como se muestra en la figura 12, la solución se dejó reposar por un periodo de 24 horas y se filtró posteriormente se hizo reaccionar el precipitado blanco con 20 mL de ácido clorhídrico al 30 % por un tiempo de 120 min, a una temperatura 60°C y con agitación constante como se muestra en la figura de 13^[14]. Transcurrido este tiempo la solución se filtró y se dejó secar obteniendo quitina.



Figura 12: Precipitación y filtrado de la quitina



Figura 13: Desmineralización de la quitina con temperatura

Por otra parte la cascara desmineralizada se colocó en un vaso de precipitados con 30 mL de peróxido de hidrogeno al 30 %^[12] dejándola reaccionar por un periodo de tiempo de 60 min. a una temperatura de 40 °C y con agitación constante para que la muestra se decolore como se muestra en la figura 14, pasado este tiempo la solución se filtró.



Figura14: Decoloración.

El siguiente paso fue desproteinizar la muestra con una solución de hidróxido de potasio al 15% agregando 5 gr de Hidrosulfito de sodio ^[11], la reacción se dejó por un tiempo de 120 min, a una temperatura de 75 °C y agitación vigorosa como se muestra en la figura 15, en este paso se obtiene la quitina, la cual se puso a reaccionar agregando una solución de hidróxido de potasio al 2%, para llevar a cabo la purificación de esta por un de tiempo de 120 min a una temperatura de 40 °C y agitación como se muestra en la figura 16, pasado este tiempo la solución se filtró y la quitina obtenida se dejó secar a temperatura ambiente por un periodo de 24 horas.



Figura 15: Desproteinización



Figura 16: Purificación

La Quitina obtenida tanto de las aguas madres como de las cascaras se desacetilaron cuando se hizo reaccionar en una solución de hidróxido de potasio al 70% por de tiempo de 120 min, a una temperatura de 120 °C y agitación, luego se realiza una segunda desacetilación con NaOH al 70% por un periodo de tiempo de 120 min, a una temperatura de 120 °C y agitación vigorosa como se muestra en la figura 17, obteniendo finalmente Quitosano.



Figura 17: Desacetilización de la quitina con hidróxido de potasio y sodio al 70% y obtención de quitosano

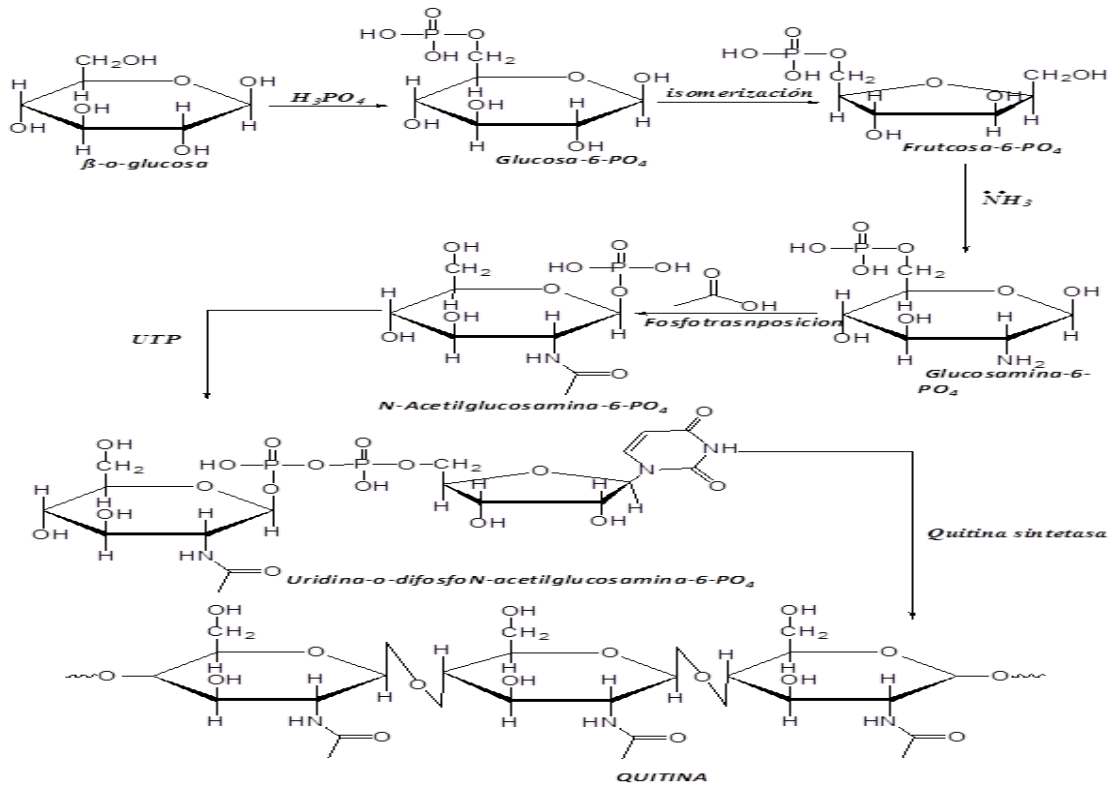


Figura 18: Biosíntesis de la quitina, Wrigth et. al. (1997)

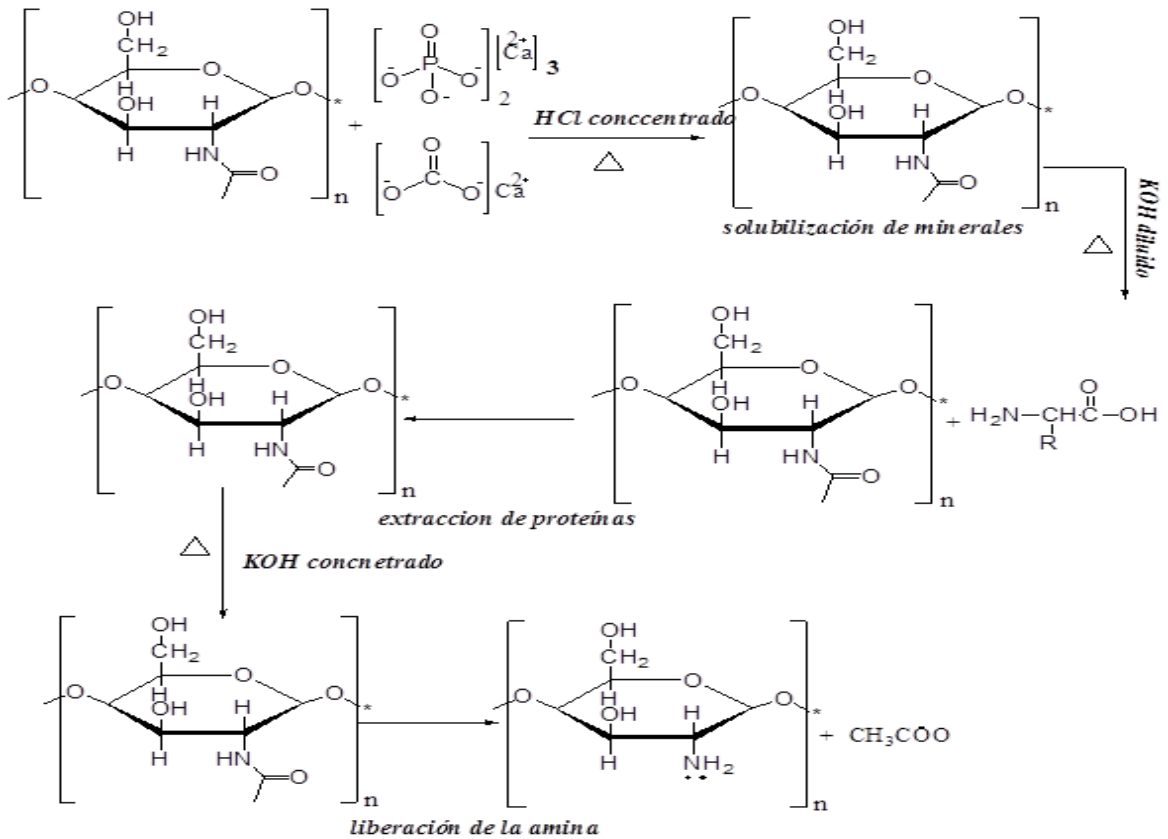


Figura 19: Síntesis de quitosano



Capítulo III: Resultados y Discusión.



Condiciones de reacción.

La desmineralización es el paso más importante del proceso ya que si no se realiza correctamente se tendrá la presencia de los minerales, los cuales interferirán en la obtención del producto final. Los factores que determinan la desmineralización en el tratamiento de las cascara son la concentración del ácido, y la cantidad de materia prima empleada así como el tiempo, y se puede deducir que a mayor concentración se obtiene una mejor desmineralización del producto. Sin embargo para la aguas madres la concentración de ácidos debe ser diluida ya que esto ayuda a que se obtenga quitina sin que se tengan un alta concentración de contaminantes como carbonatos.

La decoloración es un paso opcional ya que con este paso no se afecta a las propiedades químicas del producto final y solo nos ayuda a degradar los pigmentos que se encuentran en la materia prima. Los factores que determina este paso son la temperatura, el agente oxidante y los tiempos de reacción. La decoloración de la muestra se realiza con una gente oxidante como es el peróxido de hidrógeno o el hipoclorito de sodio, en este caso el que se utilizo fue el peróxido de hidrógeno ya que decolora más rápido la muestras, utilizándolo al 30% a una temperatura de 80 °C por un tiempo de 30 minutos, logrando así una mayor eficacia en la degradación de los pigmentos involucrados en la materia prima.

La desproteínización es el siguiente paso donde se desnaturalizan a las proteínas que protegen a la matriz biológica y que envuelve a la quitina, si este paso no se realiza por completo, se obtendrá en menor cantidad y los factores que afectan este paso son la concentración de álcali, la temperatura y el tiempo. En el caso de la quitina que se obtuvo del método en frío se trató de la misma forma que la anterior.

La desacetilización es el último paso de este método y se rige bajo las mismas condiciones de reacción del método en caliente, como se mencionó anteriormente.

Concentración de álcali: si se emplea alta concentración de álcali se debe de usar temperatura baja, sin embargo si la concentración del álcali es bajo la temperatura deberá de ser alta, esto según la literatura. Otro aspecto importante es el empleo de un agente anti oxidante como el bisulfito de sodio que evita que las cadenas poliméricas que están débiles por el uso del peróxido no se rompan.

La purificación de la quitina obtenida de los exoesqueletos se debe de tomar en cuenta la concentración, la temperatura y el tiempo.

La desacetilación es el último paso para la obtención del quitosano y es muy importante ya que si se realiza en bajas concentraciones la reducción de la mayoría de los grupos amida a amina no se completara y se obtendrá en mayor proporción quitina y menor cantidad quitosano, es por ello que se emplea concentraciones altas a una temperatura alta por un tiempo de cuatro horas.

En este método se deben de cuidar todas las condiciones de reacción que se presentaron en los métodos por separado. Cabe destacar que en la combinación de los métodos en frío y caliente se logró observar que ambos método se complementaban, debido a que los



desechos que producía un método el segundo podía emplearlos, reduciendo y reciclando así los residuos generados a lo largo del proceso.

Características físicas.

El quitosano obtenido es un polvo blanco fino, e indoloro alguno aunque se obtiene de desechos de moluscos.

En este trabajo para la síntesis de quitosano se realizaron muchas modificaciones de la técnica original, ya que los primeros quitosano que se obtuvieron presentaron una coloración amarilla o café con un aroma a molusco y una consistencia muy parecida a la jaiba o camarón molidos sin ser tratados. Estas características físicas son debidas a que durante los proceso de desmineralización o desproteización no se lograron eliminar del todo los carbonatos de potasio o la proteínas presentes en la matriz biológica, encapsulando todavía la quitina, impidiéndole poder ser desacetilada. Finalmente se logró obtener el producto con las características físicas singulares que presenta el quitosano comercial.



Figura 20: Características físicas



Prueba de solubilidad.

El quitosano que se obtuvo fue caracterizado con una prueba de solubilidad en ácido acético al 3%, y 6% ya que esta prueba confirma la presencia de este al observar que la solución quedó transparente y viscosa como se muestra en la figura 21.



Figura 21: Prueba de solubilidad al 3% y 6% de ácido acético



Espectroscopía de Infrarrojo IR.

En el espectro de IR de la quitina se pueden observar las bandas características del grupo amida en la región de 1600 cm^{-1} , también se puede observar que la banda características de las aminas a 1550 cm^{-1} característica del quitosano en esta no aparece, tal como se puede observar que el espectro obtenido muestra cierta similitud con el espectro reportado por Escobar et al. 2013, como se muestra en la figura 22.

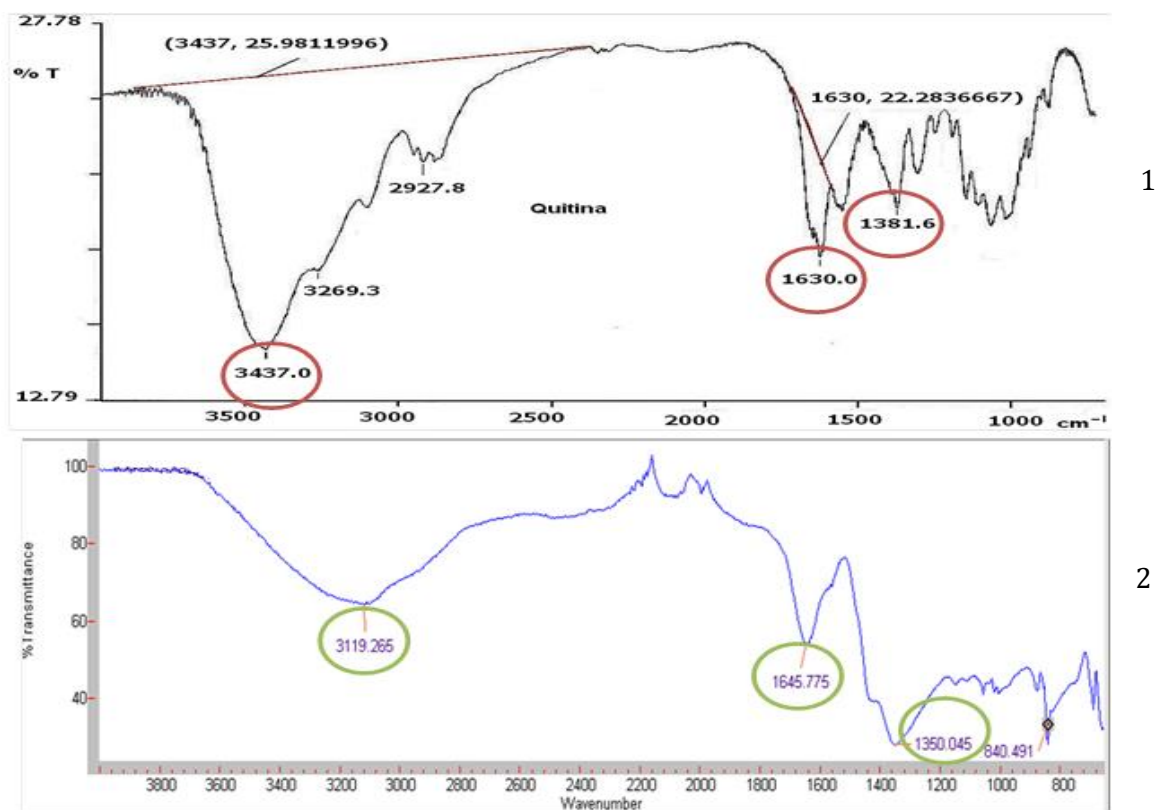


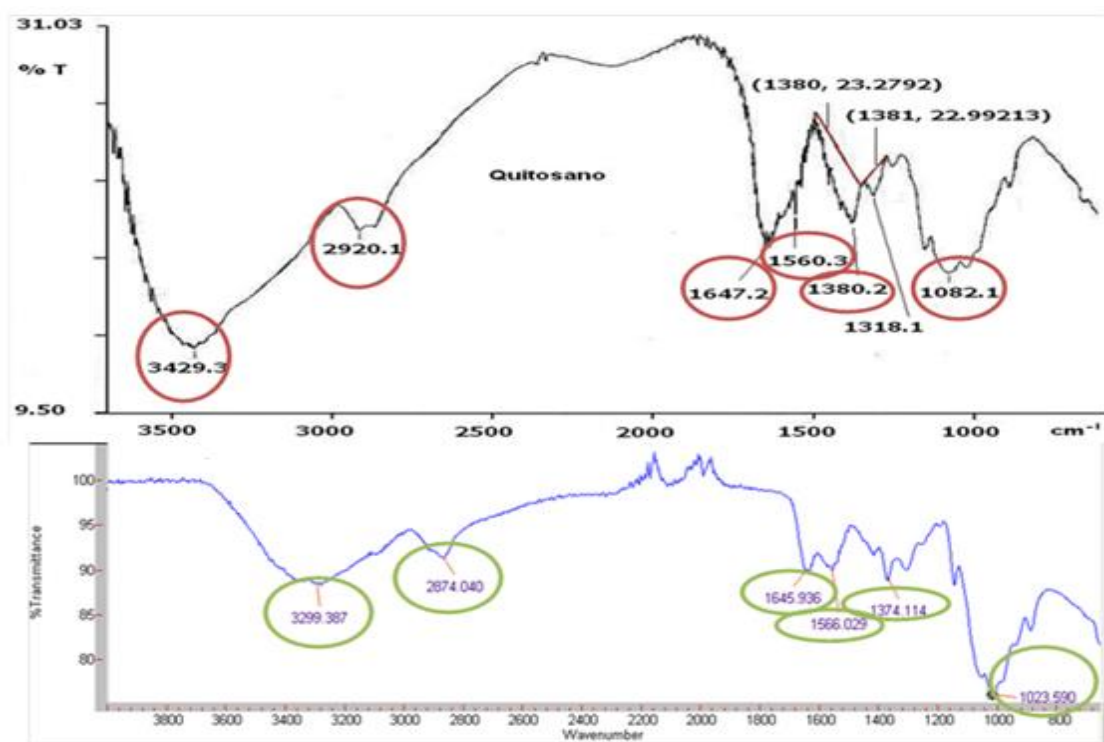
Figura 22: 1) Espectro de quitina referencia 2) Espectro de quitina

Tabla 10: Tabla de caracterización de las bandas importantes de la quitina obtenida

POSICIÓN <i>cm⁻¹</i>	INTENSIDAD	FORMA	VIBRACIÓN	ENLACE	Grupo funcional
3119.265	<i>Débil</i>	<i>Ancha</i>	<i>Tensión</i>	<i>O-H</i>	<i>Alcohol polimérico</i>
1645.775	<i>Mediana</i>	<i>Estrecha</i>	<i>Tensión</i>	<i>C-H₃ N-CO</i>	<i>Amida</i>
1350.045	<i>Mediana</i>	<i>Estrecha</i>	<i>Flexión</i>	<i>O-H</i>	<i>Alcohol</i>
1009.558	<i>Fuerte</i>	<i>Ancha</i>	<i>Tensión</i>	<i>C-O</i>	<i>Éter</i>



Para la caracterización de la muestra se empleó el equipo CARY 630 FTIR de punta de diamante. En los espectros de IR se observan las bandas características de los grupos funcionales del quitosano, tales como la banda de las aminas que se encuentra en la región de los 3600 cm^{-1} y 1550 cm^{-1} ; de igual manera se observa la banda del grupo amida en la región de los 1600 cm^{-1} . Se puede observar que el espectro obtenido muestra cierta similitud con el espectro reportado por Escobar et al. 2013, como se muestra en la figura 23.



1

2

Figura 23: 1) Espectro de quitosano referencia 2) Espectro de quitosano

Tabla 11: Tabla de caracterización de las bandas importantes del quitosano obtenido

POSICIÓN cm^{-1}	INTENSIDAD	FORMA	VIBRACIÓN	ENLACE	Grupo funcional
3299.387	Fuerte	ancha	Tensión	O-H	Alcohol primario
2874.040	Débil	Ancha	Tensión	C-H ₂	Étil
1645.936	Media	Estrecha	Tensión	CH ₃ N-CO	Amida
1566.029	Media	Estrecha	Flexión	NH ₂	Amina
1374.114	Débil	Estrecha	Flexión	C-H ₃	Metil
1023.590	Fuerte	Ancha	Tensión	C-O	Éter



Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Análisis Químico Elemental (AQE).

Como se puede observar en la figura 24 del análisis de MEB, muestra de quitosano en frío contiene una alta concentración de carbonatos y fosfatos lo cual indica que el método de desmineralización por el método en frío no fue tan efectivo ya que este arrastra los minerales que se eliminan de las cascara quedando inmersos en las aguas madres contaminando la mínima cantidad de quitosano presente que se obtiene de estas, como se puede observar en la muestra reportada por Gómez et. al. 2014

En el análisis químico elemental se puede observar la presencia de minerales como calcio, azufre, fósforo y magnesio los cuales son los principales componentes de las cascara de la muestra que se utilizó como fue la Jaiba.

Para este análisis se empleó un microscopio electrónico de barrido de JSM-6610LV marca JEOL que opera a 20 KV.

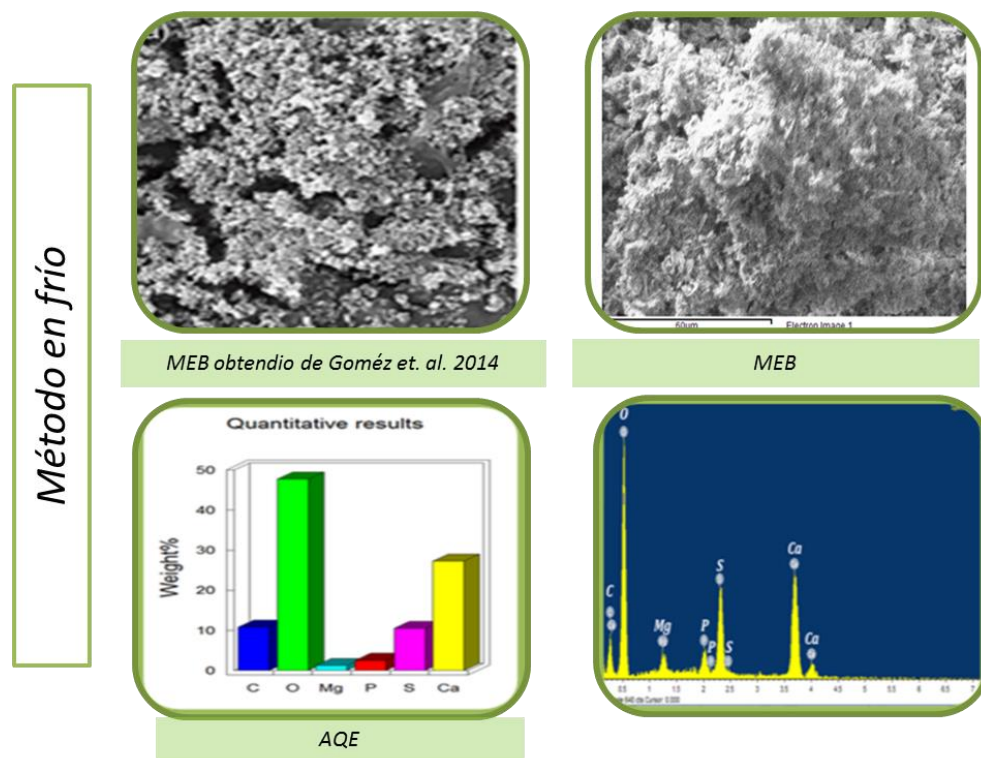


Figura 24: Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido y Análisis Químico Elemental del quitosano obtenido por el método en frío



Como se puede observar en la figura 25 del análisis de MEB la muestra de quitosano en caliente contiene una superficie homogénea de la superficie del biopolímero observándose tal y como lo muestra el espectro de MEB reportado por Navarro et. al. 2010.

En el AQE se logra observar que la no hay presencia de los elementos que conforman a los minerales que se encuentran presentes en las cascara de los crustáceos; pero aun prevalecía el sodio debido a que esta no fue lavada adecuadamente al final del proceso.

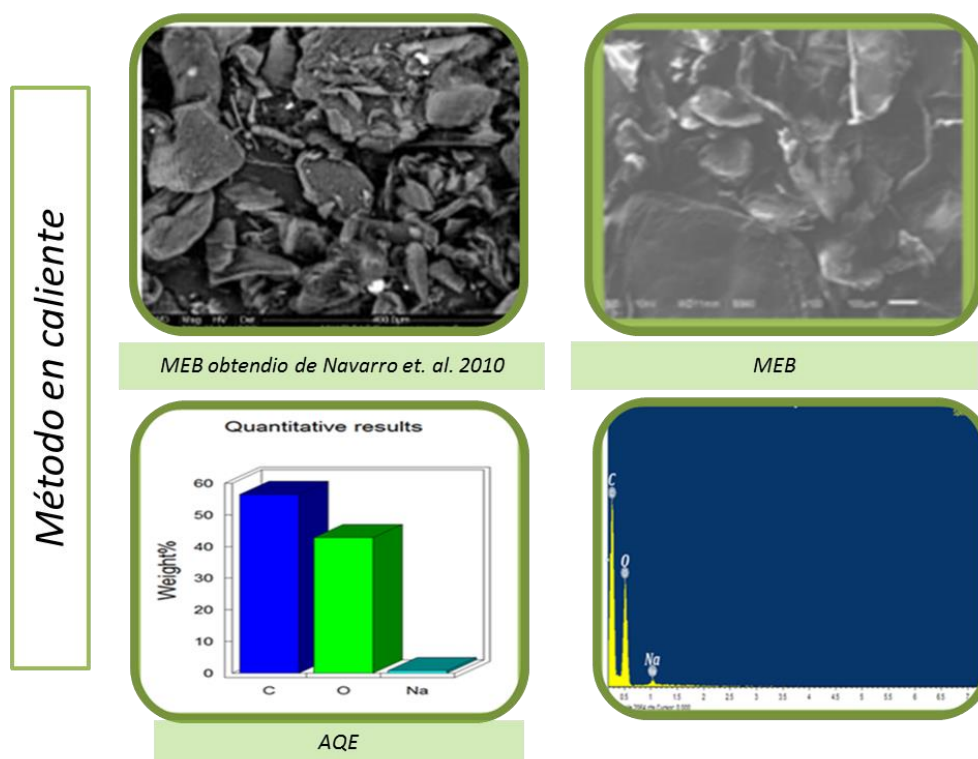


Figura 25: Análisis de Microscopia Electrónico de Barrido y Análisis Químico Elemental del quitosano obtenido por el método en caliente



TGA Y DSC.

En los termogramas siguientes se graficó el DSC (color azul) y el TG (color negro), observando así que en las muestras de quitosano obtenido en frío presenta impurezas ya que en el gráfico de DSC los picos no están definidos y están demasiados abiertos, además se logra observar que hay elementos tales como agua externa e interna, alcoholes, carbono, nitrógeno e impurezas que se encuentran involucrados dentro de la muestra y que se están degradando conforme se va alcanzado una cierta temperatura. Se ha reportado en la literatura que la temperatura de fusión del quitosano es a los 280°C y su temperatura vítrea es de 300°C siendo la muestra 3 la única que tiene un pico bien definido en 300°C por lo que se puede decir que esta muestra es la menos contaminada de todas, además de que no presenta demasiados picos que pueden ser atribuidos a la descomposición de impurezas que formen parte de la masa total de la muestra.

Con el gráfico de TGA se logra observar en las muestras 1 y 5 la presencia de alguna impureza hace que la muestra se descomponga a altas temperaturas como paso en el termograma 1 en donde la muestra soportó hasta 650°C y después se degradó rápidamente lo que nos dice que impurezas involucradas que hacen que la muestra soportara tanto. En las muestras 5 se observa que la degradación de materia se realizó antes de 200°C lo cual puede ser agua externa e interna, posteriormente se empezó a degradar algo hasta después de 650°C por lo que se infiere que la muestra presenta impurezas como minerales que se lograron descomponer hasta los 650°C .

Solo la muestra tres logró mostrar un decaimiento exponencial continuo ya que hasta la temperatura de 300°C se llevó a cabo la transición vítrea y después de ese punto comenzó la degradación continua de la muestra sin presentar sobresaltos o degradaciones parciales que puedan indicarnos que hay impurezas que afecten la degradación de la muestra.

El análisis se realizó en un equipo NETZSCH STA modelo 449F3.

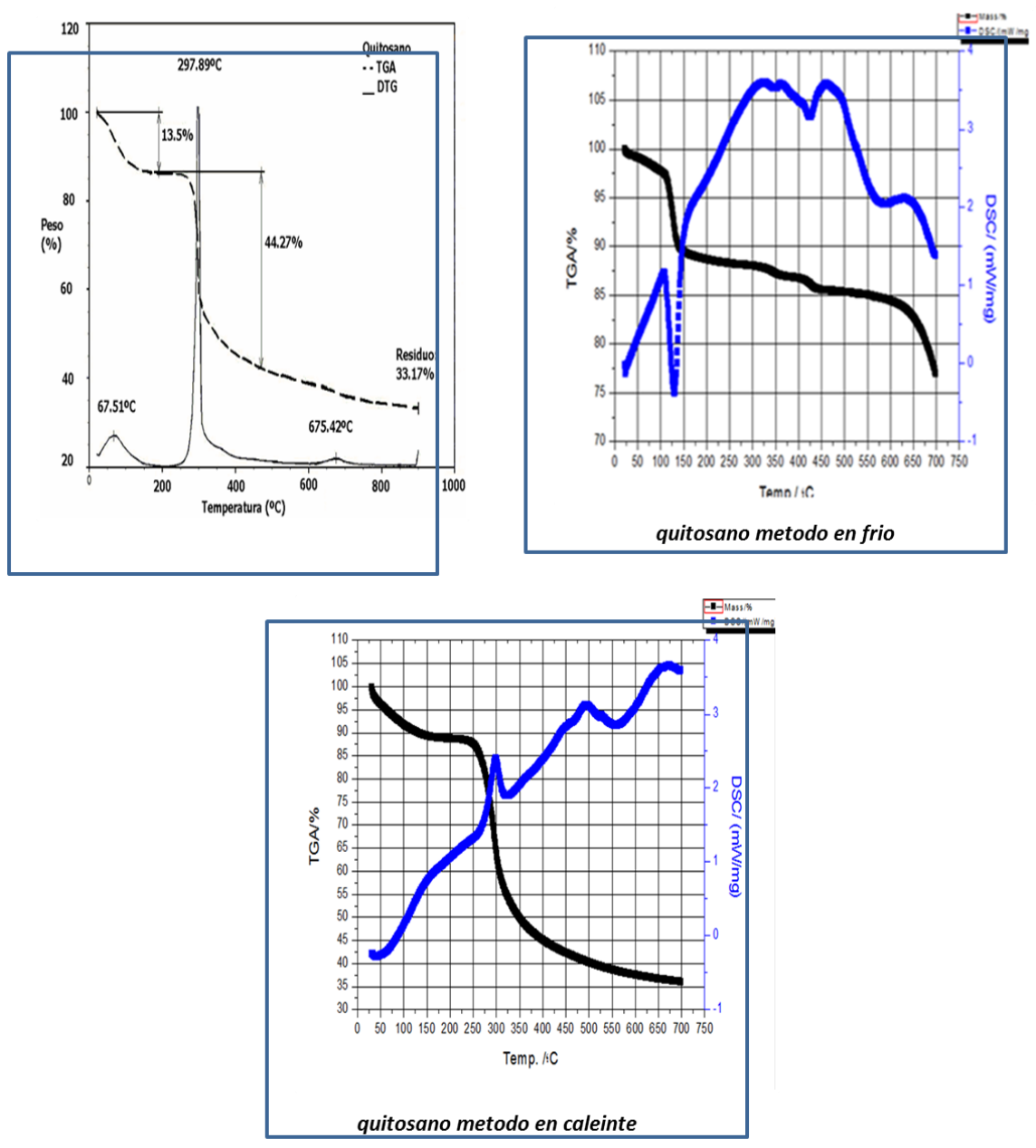
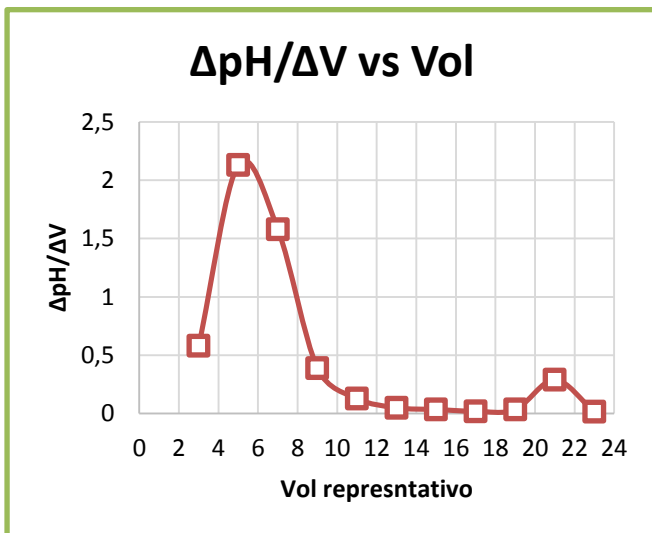


Figura 26: Termogramas de TGA y DSC de quitosano



Grado de desacetilación (%GD).

Se calculó el %GD a través de un método potenciométrico en donde se graficó el pH vs los mL de titulante agregados a la solución, en este caso fue los mL de Hidróxido de sodio adicionados a la solución de quitosano en ácido clorhídrico. Durante el proceso se tomó el pH cada vez que se adicionaba 2 mL de titulante a la solución de quitosano. Una vez que se obtuvieron los resultados se graficaron y se calculó el %GD como se muestra a continuación.



$$\%GD = \frac{16.1 * (23 - 5)}{0.3g} * 0.3M$$

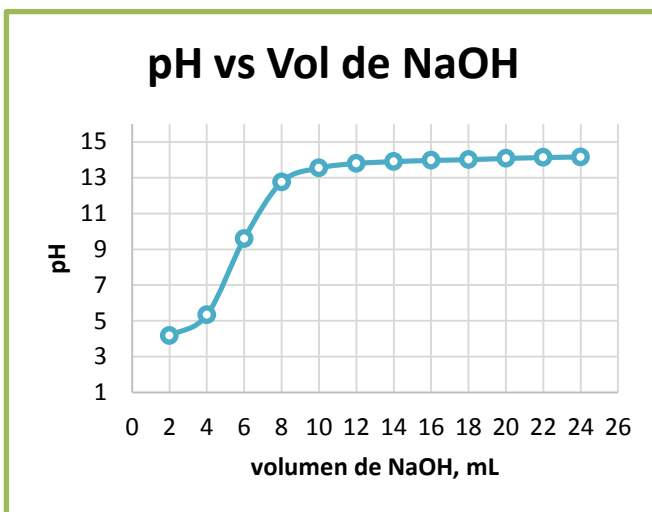
Dónde:

y = punto de inflexión mayor= 23

x = punto de inflexión mayor = 5

F= molaridad de NaOH= 0.3 M

m= masa utilizada de quitosano= 0.3 g



$$\%GD = 86.94$$

Figura 27: Gráficos de la titulación de la solución de ácido clorhídrico y quitosano con NaOH



Formación de perlas.

El quitosano obtenido del método en caliente se disolvió en ácido acético al tres por ciento para la formar perlas las cuales fueron empleadas en la remoción de colorantes en aguas de esta manera poder comprobar la efectividad del quitosano obtenido

La técnica que se siguió para la formación de perla fue la de entrecruzamiento de quitosano con glutaraldehído:

Se disuelve el quitosano en ácido acético diluido con agitación vigorosa hasta obtener una solución viscosa y transparente, la cual se adiciona gota a gota sobre una solución de KOH al 2 N, formándose al ínstate las perlas y siendo agitadas por un orbital. Posteriormente las perlas se filtran y se lavan con agua, y se depositan en una solución de glutaraldehído al 2.5% con agitación como se puede observar en la figura 28.

Por otro lado se realiza nuevamente la formación de perlas de quitosano sin gluteraldehído, siguiendo los pasos anteriores, obtenido las perlas como se muestran en la figura 29.



*Figura 28: Formación de perlas de quitosano **con** glutaraldehído*



*Figura 29: Formación de perlas de quitosano **sin** glutaraldehído*

Se prepararon soluciones de colorantes con:

- * 0.01 g de colorante en 100 mL de agua
- * 0.05 g de colorante en 100 mL de agua
- * 0.1 g de colorante en 100 mL de agua
- * 0.5 g de colorante en 100 mL de agua
- * 1 g de colorante en 100 mL de agua



Las soluciones obtenidas se probaron con 0.2 g de quitosano en perlas, aglutinadas con glutaraldehído y sin glutaraldehído durante un tiempo de ocho días, posteriormente se les midió la absorbancia mediante espectroscopía UV-VIS en las aguas resultantes para medir la concentración de colorante retenido perlas de quitosano, como se muestra en la figura 30

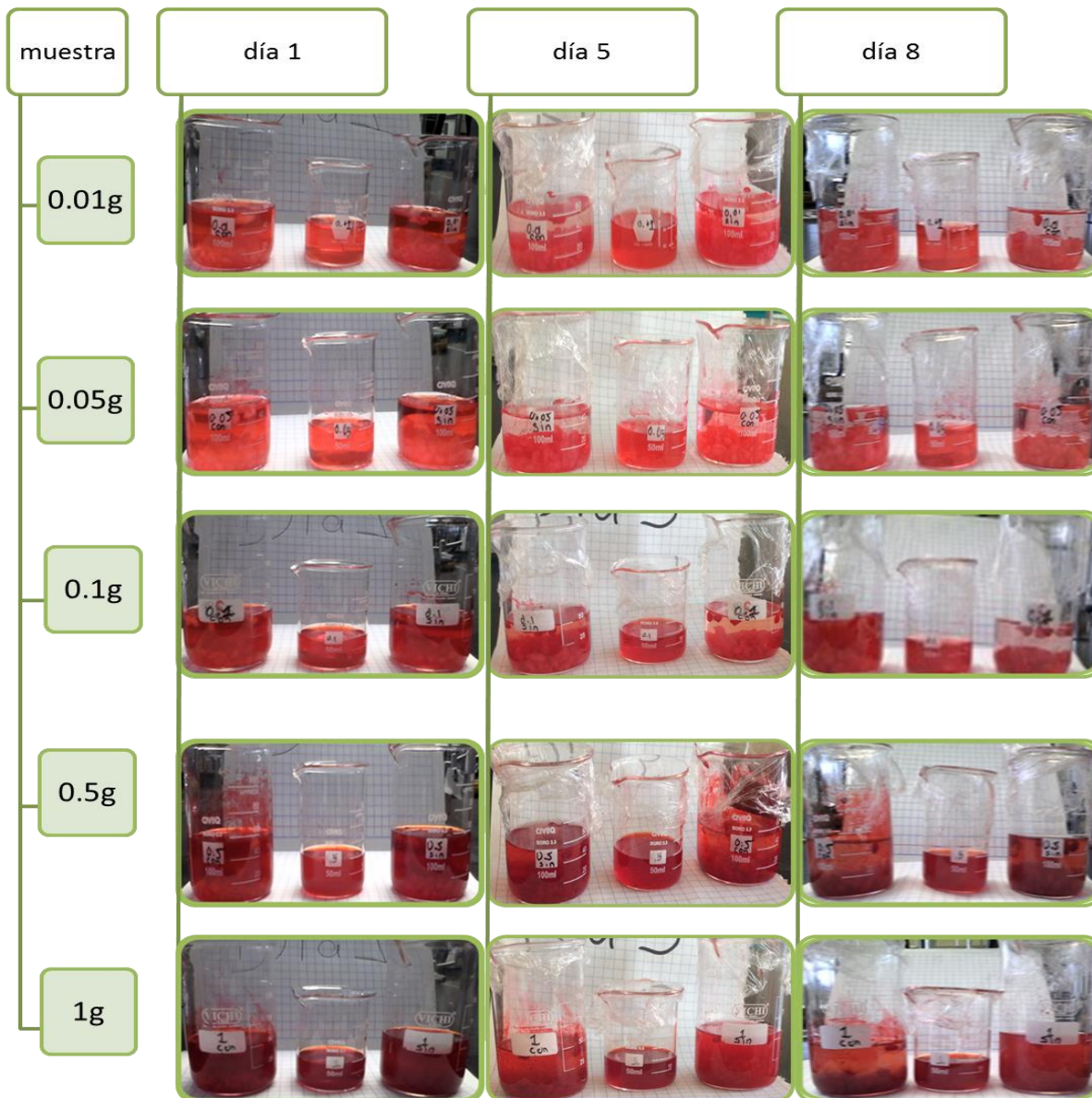


Figura 30: Tratamiento con perlas de quitosano de aguas contaminadas con colorantes por 1, 5 y 8 días



En la figura 31 y 32 se puede observar la función del quitosano como retenedor de colorante solo que este es retenido con mayor eficiencia cuando este se encuentra con glutaraldehído las mediciones se realizaron en un equipo de UV-VIS marca HEWLETT Packard modelo 8453

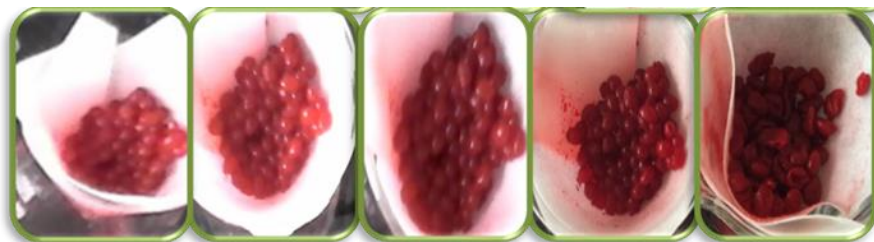


Figura 31: Perlas de quitosano reticuladas **con** glutaraldehído

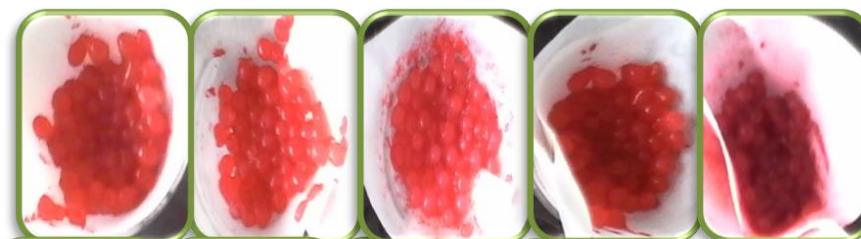
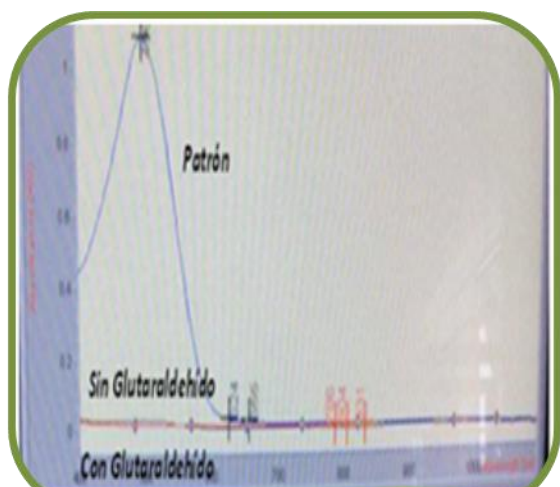


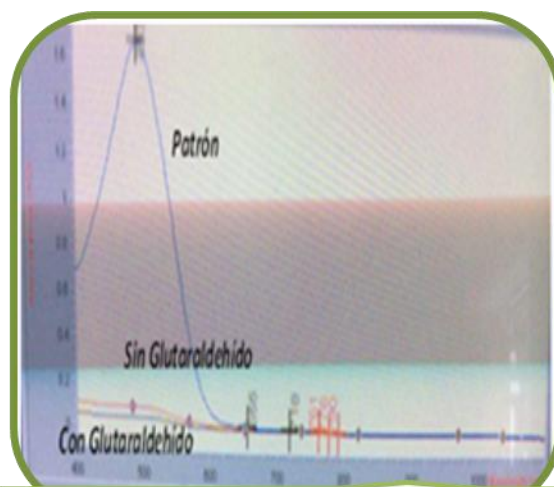
Figura 32: Perlas de quitosano **sin** glutaraldehído

Tabla 12: Calculo de la concentración de colorante presente en las aguas tratadas con quitosano.

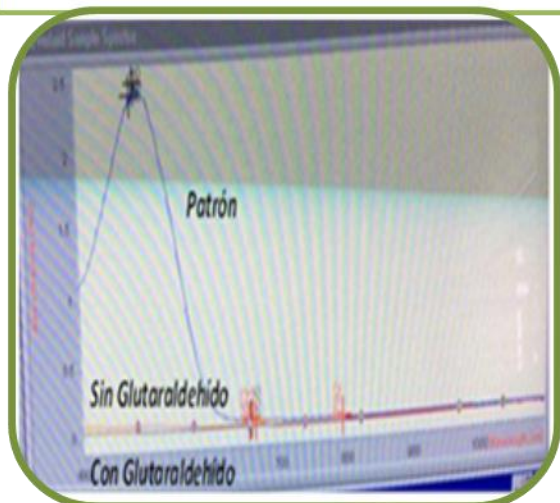
	Perlas en KOH al 2N:	Entrecruzado con glutaraldehído:
Muestra 1: 0.01g colorante/100 ml agua.	$0.044848 = 0,0124x + 0.038$ $x = (0.0124 - 0.038)/0.044848$ $x = 0.55064 \text{ ppm}$	$0.022068 = 0,0124x + 0.038$ $x = (0.0124 - 0.038)/0.022068$ $x = 1.2848 \text{ ppm}$
Muestra 2: 0.05g colorante/100 ml agua.	$0.0643 = 0,0016x + 0.0224$ $x = (0.0224 - 0.0643)/0.0016$ $x = 26.1875 \text{ ppm}$	$0.11571 = 0,0016x + 0.0224$ $x = (0.0224 - 0.11571)/0.0016$ $x = 58.31875 \text{ ppm}$
Muestra 3: 0.1g colorante/100 ml agua.	$0.063105 = 0.0029x + 0.0172$ $x = (0.0172 - 0.063105)/0.0029$ $x = 15.82931 \text{ ppm}$	$0.14433 = 0.0029x + 0.0172$ $x = (0.0172 - 0.14433)/0.0029$ $x = 43.8379 \text{ ppm}$
Muestra 4: 0.5g colorante/100 ml agua.	$0.81972 = 0.0005x + 2.0039$ $x = (2.0039 - 0.81972)/0.0005$ $x = 2368.36 \text{ ppm}$	$0.3073 = 0.0005x + 2.0039$ $x = (2.0039 - 0.3073)/0.0005$ $x = 3393.2 \text{ ppm}$
Muestra 5: 1g colorante/100 ml agua.	$1.7256 = 0.0001x + 2.7544$ $x = (2.7544 - 1.7256)/0.0001$ $x = 10288 \text{ ppm}$	$0.26852 = 0.0001x + 2.7544$ $x = (2.7544 - 0.26852)/0.0001$ $x = 24858.8 \text{ ppm}$



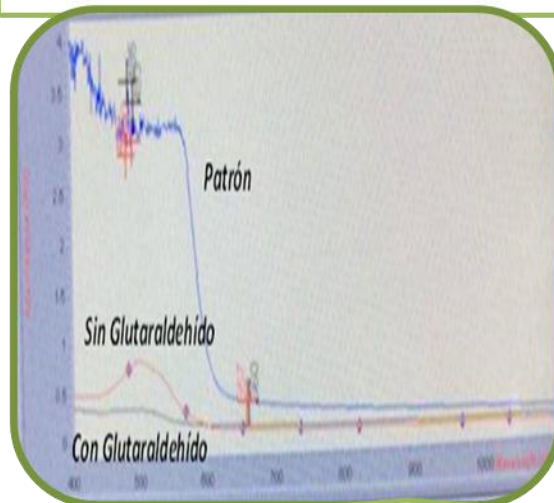
muestra 1: 0.01 g de colorante en 100 ml agua



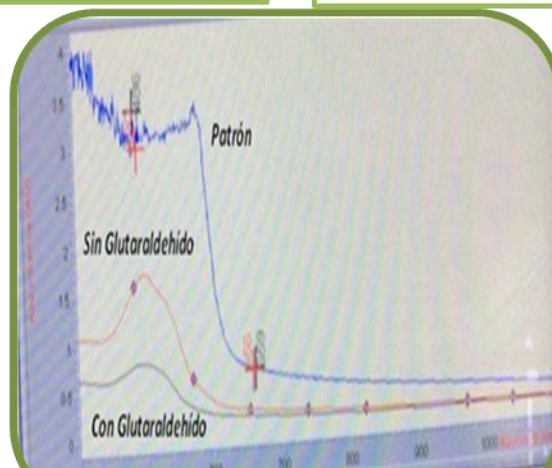
muestra 2: 0.05 g de colorante en 100 ml agua



muestra 3: 0.1 g de colorante en 100 ml agua



muestra 4: 0.5 g de colorante en 100 ml agua



muestra 5: 1 g de colorante en 100 ml agua

Figura 33: Espectros de UV-VIS de las muestras taradas con el quitosano



***Capítulo IV:
Conclusiones
y
Sugerencias***



Conclusiones

- * Se logró obtener quitosano por medio de la combinación de dos métodos en frío y caliente. Sin embargo se pudo comprobar que el método más eficiente fue por el método en caliente debido a que el quitosano que se obtuvo siguiendo el método en frío no paso la prueba de la solubilidad siendo esta una de las pruebas más importante en la caracterización del quitosano

- * La prueba de solubilidad en ácido acético al 3% y 6% fue eficiente para el quitosano obtenido por el método en caliente debido a que en la literatura muestra que este es el rango en el que se disuelve el quitosano, mientras que por el método en frío no hay buena solubilidad.

- * Los espectros de IR de las muestras obtenidas por el método en caliente muestran las bandas características del quitosano.

- * El análisis de TGA y DCS demostró que se encontraba presente el quitosano ya que a la temperatura de 300 °C se encuentra el punto vítreo característico del quitosano.

- * El Análisis Químico Elemental demostró que el quitosano obtenido por el método en caliente presentaba menos contaminación de minerales que el quitosano obtenido por el método en frío.

- * En la Microscopía Electrónica de Barrido la muestra de quitosano por el método en frío se pueden observar a la formación de precipitados de calcio y fósforo, mientras que en el quitosano por el método en caliente muestran una distribución de partículas homogéneas para el quitosano y esto se debe a la unión de las cadenas lineales propias del quitosano.

- * Una prueba final fue la aplicación en forma de perla que se le dio al quitosano obtenido por el método en caliente en la formación de las perlas reticuladas con gluteraldehído ya que el quitosano obtenido por el método en frío no paso la prueba de solubilidad no permitió la formación de las perlas.



Sugerencias

Para dar continuidad a este trabajo se sugiere que se cuiden los pasos para obtención de quitosano por el método en frío ya que los resultados en esta ocasión no fueron buenos por lo que se sugiere que el método sea descartado o se modifique la técnica hasta lograr obtener las mejores condiciones de reacción para obtener un buen rendimiento del quitosano por medio de este método.

Se sugiere que la aplicación de las perlas para la remoción de colorantes se profundice más tomando en cuenta la caracterización de perlas retículas, así mismo se realice la eficiencia del quitosano con un colorante de estructura conocida

Se recomienda también buscar otro tipo de materia prima para la obtención de quitosano por el método en frío ya que la jaiba contiene gran cantidad de minerales o bien hacer pruebas a diferentes concentraciones de ácido clorhídrico al hacer la desmineralización.

Otra sugerencia para la obtención de quitosano es la caracterización por Resonancia Magnética Nuclear en la cual se recomienda el empleo del Dimetilsulfoxi deuterado para disolver la muestra debido a que es insoluble en los disolventes orgánicos comúnmente empleados para esta técnica.

La caracterización por espectrometría de masas se debe realizar en un equipo más sensible para este tipo de polímeros que permita el fraccionamiento del polímero para poder medir el peso molecular y confirmar la estructura química de la molécula

.



Bibliografía.

- [1] Lahiry, D; Sinha, S; Gill, J.S; Malik, U y Mishra, A.K (1996). *Plan de estudios para la formación de futuros profesores en educación ambiental*. [En línea]. España: los libros de la catarata. Disponible en: <https://books.google.com.mx/books?isbn=8481981680> [2015, 2 de mayo]
- [2] Jiménez, G y Catherine, R (2009). *Cinética de degradación de colorantes textiles de diferentes clases químicas por hongos y bacterias inmovilizados sobre fibra de agave tequilana Webber var. Azul*. Tesis de licenciatura en microbiólogo industrial, colaboración académica entre la Pontificia Universidad Javerina (Colombia) y el Instituto Politécnico Nacional (México), Bogotá.
- [3] Manahan, E. S (2007). *Introducción a la química ambiental*. México, D.F: Revertè.
- [4] Hernández, I (2004). *La Quitina: Un Producto Bioactivo de Diversas Aplicaciones en cultivos tropicales* [En Línea] No. 3. Instituto Nacional de Ciencias Agrícolas Cuba, disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=193217916014> [11 de octubre de 2014].
- [5] Bautista, B, A. N; Hernández, L, M.G; Molina, B, E y Sánchez, D, D. (2005, julio). *Quitosano: Una alternativa para reducir microorganismos postcosecha y mantener la vida de anaquel de productos hortofrutícolas*. *Revistas Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 7(1665-0204), 1-6.
- [6] Sociedad iberoamericana de Quitina. *Quitina-quitosano*. [en línea]. Iberoamérica y el Caribe. Disponible en: <http://www.siaq.net/quitina.html> [2015, 20 de mayo]
- [7] Rodríguez, P, A. T; Rivero, G, D; Bosquez, M, E; Barrera; N, L.L y Bautista; B, S. (2009, septiembre). *Propiedades químico-estructurales y actividad biológica de la quitosana en microorganismos Fitopatógenos*. *Revista Chapingo serie horticultura*, 15(3), 307-317.
- [8] Gómez, E.D; Reis, E.M (2011, mayo). *Inductores abióticos de resistencia Fitopatógenos*. *Revista Química Viva* [en línea], No. 1. Disponible en: quimicaviva@qb.fcen.uba.ar [2015, 30, mayo].
- [9] Camacho, V (2007) *Obtención de quitosano por desacetilación de quitina vía enzimática*. Tesis para obtener el título de ingeniero. D.F., Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto politécnico nacional
- [10] Chávez, H, A; Colina, R, M; Valbuena, C y López, A. (2012, abril). *Obtención y caracterización de papel de quitosano*. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 13(2), 1-11.
- [11] Escobar, S, M; Ossa, O, P; Quintana, M y Ospina, A (2013, abril). *Optimización de un protocolo de extracción de quitina y quitosano desde caparazones de crustáceos*. *Revista Scientia et Technica*, 18(1), 260-266.
- [12] Gonzales, C; Valbuena, A; Celis, B; Perentena, L y Colina, M. (2015, enero). *Degradación oxidativa de quitosano con peróxido de hidrogeno*. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 16(1), 43-68.



- [13] Ortiz Rodríguez, Monserrat Adriana (2013). *Tratamiento químico y biotecnológico de residuos de camarón para la obtención de productos de valor agregado*. Tesis de ingeniería ambiental, Universidad Veracruzana, Xalapa.
- [14] Cabarcas Lorduy, M., Marimón Bolívar, W., y Miranda Marzola, M. (2011). *Diseño de un proceso económico y competitivo para la extracción de quitina y producción de quitosano a partir de exoesqueletos de camarón*. Tesis de ingeniería química, Universidad de Cartagena, facultad de ingenierías, ingeniería química, Cartagena.
- [15] Flores Berghoff, C. (2011). *Desarrollo y caracterización de matrices compuestas de quitosano/polímero sintético para regeneración de tejido seco para regeneración de tejido oseó*. Tesis de doctorado en química, Universidad Nacional de la Plata, La Plata.
- [16] Wade, L.C. (2004). *Química orgánica quinta edición*. Madrid. Pearson educación.
- [17] Olsen, E.D. (1990). *Métodos ópticos de análisis*. [En línea]. Barcelona Reverté. Disponible en: <https://books.google.com.mx> [2015, 2 de mayo].
- [18] McMurry, J. (2000). *Química orgánica 5ª Edición*. México. Thomson.
- [19] Vázquez, A.J y Damborenea, J.J. (2000). *Ciencias e ingenierías de la superficie de los materiales metálicos*. [en línea]. Madrid: CSIC. Disponible en: <https://books.google.com.mx/books> [2015, 16 de mayo].
- [20] Rodríguez, E. y Villegas, E. (2012, Noviembre). *Caracterización de polímeros aplicando el método termogravimétrico*. Métodos y Materiales, 2, 25-32
- [21] Escobar, S, D.M; Castro, R, A. M y Vergara, C, N. A. (2014, Agosto). *Determining the relation between the proportion of the amino group and the degree of deacetylation of chitosan*. Revista de Ciencias, 18(1), 73-88.
- [22] García, B, P.A. (1983). *Fundamentos de nutrición*. Costa Rica. Universidad Estatal a Distancia.
- [23] Conagua. Semarnat. (2015, Marzo). *Cuidemos el Agua que Mueve a México*. [en línea]. México. Disponible en: www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Contenido/Documentos/carrera_agua_2015.pdf [20 de mayo].
- [24] Wrigth, E.J y Retnakaran, A. (1997). *Chitin and benzoylphenyl ureas*. [en línea].The Netherlands. DR W. JUNK PUBLISHERS. Disponible en: <https://books.google.com.mx/books> [2015, 16 de mayo]
- [25] De la Paz, N; Fernández, M; López, O, D; Nogueira, A; García, M, C; Pérez, D; Tobella, J, L; Montes, O,Y y Díaz, D. (2012, Julio). *Optimización del proceso de obtención de quitosano derivado de la quitina de langosta*. Revista Iberoamericana de Polímeros, 13(3), 103-116.
- [26] Garzón Jiménez, R. C. (2009). *Cinética de degradación de colorantes de diferentes clases químicas por hongos y bacterias inmovilizados sobre fibra de agave tequilana Webber var. Azul*. Tesis de grado en Microbiología Industrial. Pontificia Universidad Javerina (Colombia) y el Instituto Politécnico Nacional (México).



- [27] López, Oscar. (2015, Agosto). *Química Orgánica en la vida cotidiana: colorantes*. [Diapositiva]. BUAP, 66 diapositivas.
- [28] Castillo Hernández, D. (2004). *Aislamiento de hongos degradadores de colorantes empleados en la industria textil*. Tesis de Maestría en Tecnología Avanzada, Instituto Politécnico Nacional, Tlaxcala.
- [29] Cortazar, M, A; Gonzalez, R, C.A; Coronel, O, C; Escalante, L, J.A; Castro, R, J y Villagomez, I, J.R. (2012). *Biotecnología aplicada a la degradación de los colorantes de la industria textil*: Universidad y ciencia, 28 (4), 187-199.
- [30] López, C, J; Sánchez, M, D.I; Correa, M, M. A; Sánchez, D, R.G y Campas, B, O. N. (2012, Enero-Junio). *Bioadsorción de iones Fe (II) y colorante Rojo Allura usando quitosano entrecruzado*. Revista La Sociedad Académica, 39, 15-23.
- [31] Cardona Trujillo, V. y Padilla Quintero, C.B. (2012). *Preparación y caracterización fisicoquímica y estructural de un gel conductor a base de quitosano*. Tesis de Ingeniería Química, Universidad del valle, Santiago de Cali.
- [32] Gómez, R, L, S; Quintero, J, A,S; Peña, B, D,Y y Estupiñan, D, A,H. (2014). *Obtención, caracterización y evaluación in vitro de recubrimientos de policaprolactona-quitosano sobre la aleación Ti6Al4V tratada químicamente*. Revista de metalurgia, 50(3), 1-9.
- [33] Navarro, E, A; Manrique, A; Iparraguirre, E; Jacinto, C; Cuizano, N y Llanos, P, B. (2010, Diciembre). *Síntesis y caracterización de quitosano cuaternario nativo y reticulado en polvo para su aplicación en la adsorción de aniones metálicos*. Revista de la Sociedad Química del Perú, 76(4), 313-321.



Índice de tablas

<i>Tabla 1: Composición química en porcentaje de los desechos en sólidos de artrópodos Flores. 2011</i>	6
<i>Tabla 2: Composición química en porcentaje de algunas especies contenedoras de quitina Peniche, 2006</i>	12
<i>Tabla 3: tabla del espectro electromagnético Wade 2004</i>	18
<i>Tabla 4: Frecuencias de vibración en cm-1 de los grupos funcionales principales del quitosano y quitina datos sacados de tablas de valores del departamento de química UNAM</i>	20
<i>Tabla 5: Contaminantes más comunes que se pueden encontrar en el agua. Manahan. 2007</i>	24
<i>Tabla 6: Clasificación de los colorantes según su origen, familia, y modo de uso. Datos sacados de la conferencia de química orgánica en la vida cotidiana, BUAP 2015</i>	25
<i>Tabla 7: Métodos químicos de tratamientos de aguas contaminadas con colorantes</i>	27
<i>Tabla 8: Métodos físicos de tratamientos de aguas contaminadas con colorantes</i>	28
<i>Tabla 9: Tabla de reactivos y material empelados durante la metodología</i>	30
<i>Tabla 10: Tabla de caracterización de las bandas importantes de la quitina obtenida</i>	39
<i>Tabla 11: Tabla de caracterización de las bandas importantes del quitosano obtenido</i>	40
<i>Tabla 12: Calculo de la concentración de colorante presente en las aguas tratadas con quitosano</i>	48



Índice de figuras

Figura 1: Unidad monómera de la celulosa en proyección de Haworth y en conformación de silla.	5
Figura 2: Fuentes naturales de quitina 1) hembra de copépodo, 2) artrópodos, 3) gusano de seda y hongos 4) ordenamiento de las cadenas poliméricas	6
Figura 3: Unidad monómera de la quitina en proyección de Haworth y en conformación de silla	7
Figura 4: Representación de la quitina con DA de 0.66	8
Figura 5: Estructura de la quitina mostrando en rojo los grupos en trans, y en azul los grupos que pueden formar puentes de hidrógeno	9
Figura 6: Unidad monómera del quitosano en proyección de Haworth y en conformación de silla	9
Figura 7: Comparación de la estructura de quitina, quitosano y quitano	10
Figura 8: Representación de la longitud de onda, frecuencia	16
Figura 9: Representación de la transición electrónica de un estado de baja energía (a) a un estado de alta energía (b), al ser irradiado con energía y es en ese momento cuando se emite la señal. Posteriormente regresara a su estado basal	19
Figura 10: Desmineralización de la jaiba	32
Figura 11: Filtrado de la cascara desmineralizada	32
Figura 12: Precipitación y filtrado de la quitina	32
Figura 13: Desmineralización de la quitina con temperatura	32
Figura 14: Decoloración	33
Figura 15: Desproteización	33
Figura 16: Purificación	33
Figura 17: Desacetilización de la quitina con hidróxido de potasio y sodio al 70% y obtención de quitosano	33
Figura 18: Biosíntesis de la quitina, Wrigth et. al. (1997)	34
Figura 19: Síntesis de quitosano	34
Figura 20: Características físicas	37
Figura 21: Prueba de solubilidad al 3% y 6% de ácido acético	38
Figura 22: 1) Espectro de quitina referencia 2) Espectro de quitina	39
Figura 23: 1) Espectro de quitosano referencia 2) Espectro de quitosano	40
Figura 24: Análisis de Microscopia Electrónico de Barrido y Análisis Químico Elemental del quitosano obtenido por el método en frío	41
Figura 25: Análisis de Microscopia Electrónico de Barrido y Análisis Químico Elemental del quitosano obtenido por el método en caliente	42
Figura 26: Termogramas de TGA y DSC de quitosano	44
Figura 27: Gráficos de la titulación de la solución de ácido clorhídrico y quitosano con NaOH	45
Figura 28: formación de perlas de quitosano con glutaraldehído	46
Figura 29: Formación de perlas de quitosano sin glutaraldehído	46
Figura 30: Tratamiento con perlas de quitosano de aguas contaminadas con colorantes por 1, 5 y 8 días	47
Figura 31: Perlas de quitosano reticuladas con glutaraldehído	48
Figura 32: Perlas de quitosano sin glutaraldehído	48
Figura 33: Espectros de UV-VIS de las muestras taradas con el quitosano	49