

## **Síntesis y Caracterización de Esferas del Hidrogel Quitosano-Metacrilato de Glicidilo-Xantana**

García-Gaitán, B.<sup>1\*</sup>, Zavala-Arce, R.E.<sup>1</sup>, Luna-Bárcenas, G.<sup>2</sup>, Barceló-Quintal, I.D.,  
Elizalde-Peña, E.A.<sup>2</sup>, Dávila-Villalva, E.A.<sup>1</sup> y Muro-Urista, C.R.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Toluca.

<sup>2</sup>Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro.

<sup>3</sup>Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco.

<sup>1</sup>beatrizggmx@yahoo.com

### **1. Resumen**

En este trabajo se presenta la síntesis y caracterización de esferas del hidrogel quitosano-metacrilato de glicidilo-xantana (Q-GMA-X). El quitosano (Q) disuelto en una solución de ácido acético se hizo reaccionar con metacrilato de glicidilo (GMA) de acuerdo a lo reportado por Flores-Ramírez, et al [1]. El producto de la reacción se purificó y redisolvió en una solución de ácido acético sobre la cual se goteó xantana (X) disuelta en agua desionizada. El hidrogel obtenido se caracterizó por Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), se le determinó la fracción de agua, el potencial Z y la acidez superficial. El potencial Z obtenido para el Q fue de -20.1 mV, mientras que para el hidrogel Q-GMA-X el valor se redujo hasta -42.0 mV, lo cual indica que existe la posibilidad de que se pueda mejorar la capacidad de adsorción de especies cargadas positivamente.

### **2. Introducción**

Los hidrogeles son una combinación de dos o más polímeros con estructura reticulada. Se caracterizan por sus propiedades de hinchamiento, morfología y resistencia a la compresión [2]. Un importante campo de aplicación de estos polímeros es el de la eliminación de metales pesados presentes en las aguas residuales. La síntesis de hidrogeles con propiedades biodegradables, ha resultado de gran interés en los últimos años siendo el empleo de polisacáridos uno de los que destacan. Dentro de éstos, el quitosano [3] ha sido usado como adsorbente, debido a su estructura particular, características físico-mecánicas, estabilidad química, alta reactividad y excelente selectividad hacia compuestos aromáticos y metales. La xantana (X), otro polisacárido que por sí mismo no puede formar geles, pero aprovechando sus propiedades como polielectrolito ayuda a formar geles elásticos con una alta resistencia a la ruptura [4] y puede atraer cationes [5]. En este trabajo se presenta la síntesis de un hidrogel a partir de Q y X utilizando GMA, así como su caracterización

mediante FTIR, determinación de la fracción de agua, del potencial Z y la acidez superficial.

### 3. Condiciones experimentales

Las esferas del hidrogel Q-GMA-X fueron sintetizadas con un proceso de dos etapas. En la primera el Q disuelto en ácido acético 0.4 M se hizo reaccionar con GMA durante 60 min, a  $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  con flujo constante de  $\text{N}_2$  y empleando KOH a 0.05 M como catalizador. El quitosano-metacrilato de glicidilo (Q-GMA) producto de la reacción, se purificó mediante precipitación en acetonitrilo y redisolvió en ácido acético 0.4 M. Para la segunda etapa, X previamente disuelta en agua, fue goteada con una jeringa de insulina sobre la disolución de Q-GMA a  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  y en agitación constante, formando las esferas de Q-GMA-X, éstas fueron mantenidas en la disolución a  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  y 240 rpm por 2 h para propiciar la interacción entre ambos compuestos. Posteriormente las esferas fueron lavadas con agua DI hasta igualar el pH de las esferas al del agua DI. El análisis por FTIR se realizó en un espectrofotómetro Perkin Elmer Spectrum GX, mediante transmisión. La fracción de agua promedio fue obtenida mediante el secado de las esferas a  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ , con el cociente de la diferencia del peso húmedo menos el peso seco entre el peso húmedo, a partir de tres muestras. La determinación del potencial Z fue realizada en un analizador de potencial Z, Zeta Plus, por triplicado, con soluciones acuosas de 0.1 mg/mL, tanto de Q, como de esferas de Q-GMA-X, ajustando el pH a 5, previamente agitadas en un baño ultrasónico por 5 min. La determinación de la acidez superficial se realizó mediante una titulación potenciométrica con un potenciógrafo E576 Metrohm Herisau, tomándose una cantidad determinada de esferas, las cuales fueron colocadas en una solución de KOH 0.3 M, a la cual se le añadió  $\text{KNO}_3$  0.3 M como electrolito y sobre la cual fue precipitada de manera automática en un tiempo de 10 min una solución de  $\text{HNO}_3$  0.3 M, como titulante. A partir de las curvas de acidez superficial tanto del Q, como de las esferas de Q-GMA-X, se procedió a graficar la primera derivada del pH con respecto al vol.  $\text{HNO}_3$  vs vol.  $\text{HNO}_3$ .

### 4. Resultados y discusión

En la figura 1 se muestra el espectro infrarrojo de las esferas de Q-GMA-X. En  $3392\text{ cm}^{-1}$  se detectó una banda ancha y de gran intensidad, originada por la vibración de tensión de grupos -OH asociados por enlaces de hidrógeno intermoleculares. Vibraciones de grupos -

OH y -NH, aparecen en la señal de  $2910\text{ cm}^{-1}$ , la contribución espectral de tensión del grupo C=O se detectó en  $1725\text{ cm}^{-1}$ , el estiramiento simétrico del  $-\text{CH}_2$  aparece  $1607\text{ cm}^{-1}$ , las bandas en  $1406$  y  $1372\text{ cm}^{-1}$  son debidas a la vibración de flexión del enlace O-H. En  $1156\text{ cm}^{-1}$  y  $1069\text{ cm}^{-1}$  se resuelven las bandas debidas a las vibraciones de tensión asimétrica y simétrica del grupo C-O-C, respectivamente. En el espectro se resuelve el doblete en  $816$  y  $792\text{ cm}^{-1}$  debido a vibraciones en el anillo del éter cíclico y de balanceo del grupo metileno de la X.

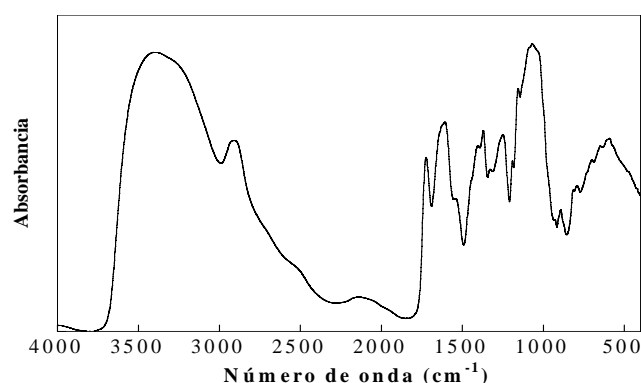


Figura 1. Espectro infrarrojo de las esferas Q-GMA-X.

La fracción de agua promedio de las esferas de Q-GMA-X fue de 0.9986, lo cual refleja un alto grado de agua retenida en las esferas del hidrogel. El potencial Z promedio obtenido para el Q fue de  $-20.1\text{ mV}$ , mientras que para las esferas de Q-GMA-X se obtuvo un valor de  $-42.0\text{ mV}$ . El potencial Z medido para el Q tiene un valor negativo, indicando que se puede llevar a cabo el proceso de adsorción de cationes, mediante sitios activos, correspondientes a las aminas secundarias existentes en la molécula de Q, este mismo comportamiento se tiene en las esferas de Q-GMA-X, pero dado que su valor se incrementó en mas del cien por ciento, es posible que la capacidad de adsorción de cationes se incremente. En la figura 2 se muestra la gráfica de la primera derivada de la curva de acidez superficial para las esferas de Q-GMA-X.

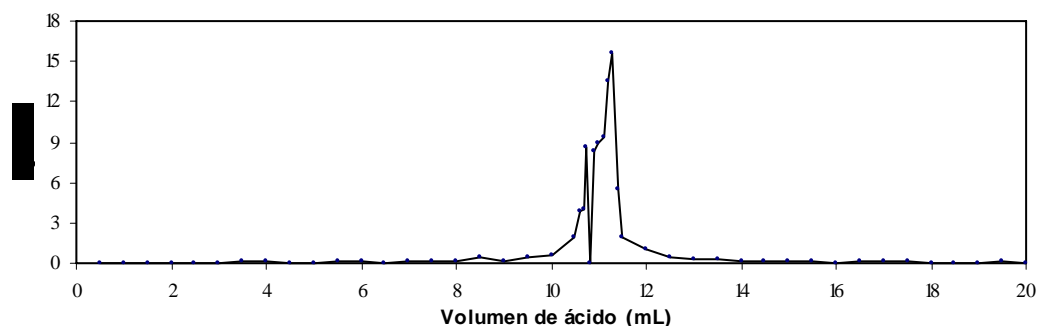


Figura 2. Gráfica de la primera derivada de la curva de acidez superficial para las esferas de Q-GMA-X.

En la figura 2 se puede observar que hay dos puntos de equivalencia, lo que significa que se liberan los dos protones que se encuentran en los grupos amino, por lo que la adsorción de iones metálicos puede ser llevada a cabo por sitios activos. Una gráfica similar (no mostrada aquí) se obtuvo para el Q.

## 5. Conclusiones

Se sintetizaron esferas del hidrogel Q-GMA-X mediante interacciones moleculares, entre la X y el Q-GMA. Análisis por espectroscopia de infrarrojo confirman la síntesis. Los resultados del potencial Z y la primera derivada de la curva de acidez superficial indican la posibilidad de que las esferas de dicho hidrogel puedan actuar como un buen adsorbente de iones metálicos en soluciones acuosas, con fines de descontaminación.

## 6. Referencias

- 1.-Flores-Ramírez N., Elizalde-Peña E. A., Vásquez-García S. R., González-Hernández J., Martínez-Ruvalcaba A., Sanchez I. C., Luna-Bárcenas G., Gupta R. B. Characterization and Degradation of Functionalized Chitosan with Glycidyl Methacrylate. *J. Biomater. Sci. Polymer Edn*, 16 (4), 473-488, 2005.
- 2.-Peppas N.A., A.G. Mikos, "Preparation methods and structure of hydrogels, *Hydrogels in Medicine and pharmacy*", Vol. 1, 1-27 (1986).
- 3.-Babel S, Kurniawan TA. Low-cost adsorbents for heavy metals uptake from contaminated water: a review. *J Hazardous Mat* 2003; B97: 219-43.
- 4.-Martínez-Ruvalcaba A., Ascencio-Ayala V., Ortega-Gudiño P., Sánchez-Díaz J.C., Luna-Bárcenas G. Síntesis de una red polimérica a partir de un hidrogel físico

(chitosan/xantan) y un hidrogel químico (poliacrilamida). Memorias del Congreso de la AMIDIQ. 2004

5.-Tsair-Wang, C, Mai-Tzu C, I-Ya L. Evaluate the Bacterial Polysaccharide of Xanthan Gum for the Biosorption of Heavy Metals from the Aqueous Solution. The 2005 Annual Meeting (Cincinnati, OH). Environmental Division. Advances in Environmental Technology.

**Agradecimientos:** Los autores agradecen al CONACyT por el apoyo concedido a través del proyecto 61885 aprobado en la convocatoria de CB2006 y a la M. en C. R. Araceli Mauricio Sánchez por la determinación de FTIR.