

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA**



**ESTUDIO DEL GRADO DE DESACETILACIÓN DEL QUITOSANO Y  
SU INFLUENCIA EN LA REMOCIÓN DE PLOMO PRESENTE EN AGUAS  
NO POTABLES.**

**TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR**

**ANABEL ALAS CASCO  
DINA RAQUEL VENTURA CRUZ**

**PARA OPTAR AL GRADO DE  
LICENCIATURA EN QUÍMICA Y FARMACIA**

**ABRIL DE 2007**

**SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMÉRICA.**



**©2004, DERECHOS RESERVADOS**

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,  
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

**SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.**

**Rectora**

Dra. María Isabel Rodríguez

**Secretaria General**

Lic. Alicia Margarita Rivas de Recinos

**FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA**

**Decano:**

Lic. Salvador Castillo Arévalo

**Secretaria**

MSc. Miriam del Carmen Ramos de Aguilar

## **COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN**

### **Coordinadora General**

Lic. Maria Concepción Odette Rauda Acevedo

### **Asesora de Área de Gestión Ambiental: Calidad Ambiental**

Lic. Cecilia Haydee Gallardo de Velásquez

### **Asesora de Área de Control de Calidad de Productos Farmacéuticos, Cosméticos y Veterinarios**

MSc. Rocío Ruano de Sandoval

### **Docentes Directores**

Lic. Katia Eunice Leyton

Ing. Sergio Armando Maravilla

## **AGRADECIMIENTOS.**

- A nuestros asesores Lic. Katia Leyton e Ing. Sergio Maravilla por proporcionarnos bibliografía, por su valiosa entrega, enseñanza y tiempo dedicado que sirvieron de guía para la realización de este trabajo.
- A Lic. Cruz Jodvinda González, Jefe de Control de Calidad de Laboratorios Arsal, por su paciencia, gran dedicación e invaluable ayuda al proporcionarnos bibliografía, tiempo y facilitar el uso de equipo de trabajo requerido en el desarrollo de la parte experimental de este trabajo.
- A nuestras compañeras de trabajo que de una u otra manera expresaron su apoyo al impulsarnos a lograr nuestra meta.
- A todas las personas que directa o indirectamente colaboraron de manera desinteresada mostrando su apoyo moral y confianza para poder culminar nuestra investigación.

## **DEDICATORIA.**

**A DIOS TODOPODEROSO Y A LA SANTÍSIMA VIRGEN MARÍA:** por prestarme salud, brindarme sabiduría y entendimiento todos estos años de mi carrera.

**A MIS PADRES:** Nicolás Antonio Alas (de grata recordación) y María Rubia Casco, Héctor Cardoza; por sus oraciones, el sacrificio de todos estos años, por su protección, paciencia, comprensión y apoyo constante sin los cuales no hubiera logrado las metas propuestas .

**A MIS HERMANOS:** José Benjamín, Silvia, Ana María y Wendy por haber colaborado en todo momento para que terminara mis estudios.

**A MIS ABUELOS:** Benjamín Casco, Ángela Rivera y Paz Alvarenga por darme su apoyo, por sus oraciones y creer siempre en que un día terminaría mis estudios Universitarios.

**A MIRIAM Y KOKY:** por los ánimos, apoyo incondicional que siempre me brindaron para culminar con la meta propuesta.

**A MIS FAMILIARES:** por apoyarme en todo momento y darme ánimos.

**A LA FAMILIA RIVAS-RIVAS:** que con sus oraciones y apoyo confiaron en todo momento que terminaría mis estudios.

**A MARÍA DOLORES RIVERA E HILDA RIVERA:** por toda su paciencia y colaboración que me brindaron durante viví en su casa.

**A MIS AMIGOS:** que con sus palabras de apoyo me dieron la fortaleza para continuar luchando y culminar con éxito este trabajo.

Atentamente, Anabel Las Casco.

## **DEDICATORIA.**

A Dios, por cuidar de mí y guiarme en todo momento, por la sabiduría, fortaleza y bendiciones que me ha dado para alcanzar este triunfo.

A mis padres, Víctor Manuel Ventura Bolaños y María Santos Cruz de Ventura, por la confianza que depositaron en mí, por sus oraciones que con todo amor han elevado hacia Dios para darme la fortaleza, por su sabiduría y por todo el sacrificio que han realizado con su trabajo para que culminara mi carrera.

A mis hermanos, Rhina, Claudia, Ruth, Karina y Josué, que siempre confiaron en mí, dándome su apoyo en todo momento.

A mis abuelos y tíos por su apoyo y ánimo que siempre me dieron.

A mis amigos, por su apoyo y darme palabras de ánimo para terminar este trabajo.

Dina Raquel Ventura Cruz.

## ÍNDICE.

	Pág.
RESUMEN	
<b>CAPÍTULO</b>	
I. INTRODUCCIÓN.	xiii
II. OBJETIVOS.	16
2.1 Objetivo General.	17
2.2 Objetivos Específicos.	17
III. MARCO TEÓRICO.	18
3.1 Quitina y Quitosano.	19
3.2 Obtención de Quitosano.	21
3.3 Propiedades Fisicoquímicas del quitosano.	22
3.4 Usos y Aplicaciones del quitosano.	24
3.5 Plomo.	25
3.5.1 Efectos en la salud por ingesta de plomo.	28
3.5.2 Tratamiento por intoxicación con plomo.	29
IV. DISEÑO METODOLÓGICO	30
4.1 Tipo de estudio.	31
4.2 Investigación bibliográfica.	32
4.3 Investigación de campo, universo y muestra.	32
4.4 Parte experimental.	36

4.4.1 Obtención de quitosano a partir de quitina.	36
4.4.2 Determinación del grado de desacetilación del quitosano.	38
4.4.3 Influencia del grado de desacetilación en la remoción del plomo.	40
V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	42
5.1 Obtención de quitosano.	43
5.2 Determinación del grado de desacetilación.	44
5.3 Cálculo para determinar el grado de desacetilación.	65
5.4 Comparación de resultados de grado de desacetilación.	67
5.5 Determinación de la influencia del grado de desacetilación en la remoción de plomo.	75
5.6 Comparación de resultados de remoción de plomo.	76
5.7 Ensayo con quitosano de 6 horas para remover mayor cantidad de plomo.	78
VI. CONCLUSIONES	80
VII. RECOMENDACIONES	83
BIBLIOGRAFÍA	
ANEXOS	

## ÍNDICE DE ANEXOS.

### ANEXO No.

1. Certificado de análisis I. Remoción de plomo
2. Certificado de análisis II. Remoción de plomo
3. Certificado de análisis III. Remoción de plomo
4. Figura No. 35: pHmetro Thermo Orion modelo 420A +
5. Figura No. 36: Hot Plate con agitador magnético Corning PC-320
6. Figura No. 37: Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer 3110
7. Cuantificación de plomo por Espectrofotometría de Absorción Atómica
8. Recursos materiales
9. Preparación de reactivos
10. Figura No. 38: diagrama de flujo de parte experimental
11. Figura No. 39: Productos del quitosano de uso dietético y cosmético
12. Tabla No. 14: parámetros permisibles para aguas residuales descargadas a un cuerpo receptor (Norma Salvadoreña NSO13.07.03:02).

## ABREVIATURAS

Q1-4H: Primera muestra de quitosano obtenida a 4 horas de reflujo.

Q2-4H: Segunda muestra de quitosano obtenida a 4 horas de reflujo.

Q1-6H: Primera muestra de quitosano obtenida a 6 horas de reflujo.

Q2-6H: Segunda muestra de quitosano obtenida a 6 horas de reflujo.

%NH<sub>2</sub>-1: Porcentaje de grupos aminos (grado de desacetilación) en replica 1.

%NH<sub>2</sub>-2: Porcentaje de grupos aminos (grado de desacetilación) en replica 2.

%NH<sub>2</sub>-3: Porcentaje de grupos aminos (grado de desacetilación) en replica 3.

SPb20: Solución estándar de trabajo de plomo de 20 partes por millón.

ppm: Partes por millón.

## RESUMEN.

Este trabajo se enmarca en el estudio del grado de desacetilación del quitosano y su influencia en la remoción de plomo presente en agua, para lo cual partiendo de quitina se obtienen muestras de quitosano a dos diferentes tiempos de reacción (2 muestras a 4 horas y 2 a 6 horas) con el fin de obtener dos diferentes grados de desacetilación. A dichas muestras se les determinó el grado de desacetilación mediante una titulación potenciométrica; posteriormente se probó la capacidad de remoción de plomo utilizando una solución de plomo (Pb II) con una concentración de 20 ppm, en donde la cantidad de Pb (II) retenido por el quitosano se determinó midiendo la concentración remanente de dicho metal en la solución tratada, a través de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

Los resultados de grado de desacetilación que se obtuvo con el quitosano a cuatro horas fue de 84.26 % y el de 6 horas fue de 97.6 %. Comparando ambos resultados, se refleja una diferencia significativa entre ellos, por lo que el tiempo de reacción influye en el grado de desacetilación del quitosano. Además los resultados reflejan que a mayor grado de desacetilación, mayor es la capacidad que tiene el quitosano de retener plomo, ya que el obtenido a 6 horas (más desacetilado) retuvo mayor cantidad de plomo que el obtenido a 4 horas (menos desacetilado) y se comprobó que 0.30g de quitosano con grado de desacetilación de 97.8% son necesarios para eliminar aproximadamente

un 98% de plomo de una solución de 200 mL con una concentración de Pb (II) de 20 ppm.

Existen muchos métodos tecnológicos para darle tratamiento a las aguas con alto nivel de contaminación de metales pesados como el plomo, pero éstos a su vez son altamente costosos, por lo que el quitosano sería una materia prima eficaz y de bajo costo para realizar dicho tratamiento.

## I. INTRODUCCIÓN.

El Salvador es el país del área centroamericana que a pesar de ser el de menor extensión geográfica, muestra un acelerado deterioro del medio ambiente. El agua es uno de los recursos necesarios e indispensables para la salud del hombre, fauna y flora, así como también para la utilización en el campo tecnológico, industrial y agrícola; pero en el país las pocas fuentes de agua que existen, en su mayoría están contaminadas ya sea por desechos domésticos, agrícolas y principalmente industriales, siendo estos últimos los que presentan mayor peligrosidad para el medio ambiente y la vida.

Existen muchas formas o procedimientos tecnológicos para darle tratamiento a estas aguas con alto nivel de contaminación, y las investigaciones de nuevos y mejores métodos de tratamientos resultan una herramienta importante para la obtención de agua para consumo humano. En los últimos años se ha observado un mayor énfasis en el estudio de los procesos de remoción de metales pesados de las aguas de desecho, utilizando sustancias de origen biológico entre los cuales se encuentra el quitosano, un derivado N – desacetilado de la quitina, el cual es un biopolímero natural que se extrae del exoesqueleto de camarones y cangrejos. <sup>(12)</sup>

Es así como la presente investigación tiene por objeto estudiar de qué manera influye el grado de desacetilación del quitosano en la remoción de plomo presente en agua.

La obtención de quitosano se realiza a partir de quitina por medio de un tratamiento con álcali concentrado y caliente, con el fin de retirar la mayor cantidad de unidades acetilo de la estructura del polímero, dando como resultado una amina primaria.

En el presente estudio para efectos de comparación se obtendrán cuatro muestras de quitosano, de las cuales dos se obtendrían a cuatro horas y las otras dos a seis horas de reacción, manteniendo constante la temperatura y la concentración del álcali, con el objetivo de obtener (por duplicado) dos grados de desacetilación.

Para la determinación del grado de desacetilación de las distintas muestras de quitosano que se pretende obtener en el laboratorio, se realiza una valoración potenciométrica; para ello se disuelve el polímero en ácido clorhídrico y se valora la mezcla con hidróxido de sodio, midiendo el cambio de pH que experimenta la mezcla. (4) Con los resultados de la valoración se elabora una curva de titulación y con la primera derivada se determina el contenido de grupos amino en las muestras de quitosano, que equivale al grado de desacetilación; posteriormente se determina la influencia del grado de desacetilación del quitosano en la remoción de plomo utilizando una solución de trabajo de concentración conocida de plomo, en donde la cantidad de plomo retenida por el quitosano se determina midiendo la concentración del metal, en partes por millón, en el filtrado resultante, a través de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

De esta forma se determinará cómo afecta la desacetilación del quitosano en la remoción de plomo en agua; de tal manera que este estudio pueda servir como una guía para crear un método de tratamiento de aguas de desecho que contengan plomo; que sea eficaz y de bajo costo y que beneficie no solo a las industrias involucradas en el problema sino también a los seres vivos en general que sufren las consecuencias de dicha contaminación.

## **II. OBJETIVOS**

## **2.0 OBJETIVOS.**

### **2.0 OBJETIVO GENERAL:**

Estudiar el grado de desacetilación del quitosano y su influencia en la remoción de plomo presente en aguas no potables.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- 2.2.1 Obtener quitosano con diferentes grados de desacetilación a partir de Quitina.
- 2.2.2 Determinar el grado de desacetilación del quitosano por titulación potenciométrica.
- 2.2.3 Realizar ensayos de remoción de plomo con los diferentes quitosanos desacetilados, utilizando una solución de trabajo de concentración conocida de plomo.
- 2.2.4 Comparar los resultados de remoción de plomo obtenidos con los diferentes quitosanos.

### **III. MARCO TEÓRICO**

### 3.0 MARCO TEÓRICO.

#### 3.1 QUITINA Y QUITOSANO.

Por su amplia distribución en la naturaleza, la quitina es el segundo polisacárido en abundancia después de la celulosa. Fue descubierta por primera vez por el científico francés Henry Braconnot en 1811 mientras era profesor de Historia Natural y Director de los Jardines Botánicos de la Academia de las Ciencias en Francia, cuando estudiaba las sustancias derivadas del *Agaricus volvaceus* y otros hongos. Posteriormente E. Odier, científico francés, en 1823 publicó en un artículo que había encontrado en algunos artrópodos la misma sustancia, y la denominó “quitina” (del griego *tunic*, envoltura). La quitina se encuentra principalmente en la caparazón de crustáceos y se obtiene fácilmente por un tratamiento químico con el fin de remover los pigmentos, las sales como carbonato de calcio y las proteínas que se encuentran asociadas con ella (5). La quitina es insoluble en la mayoría de los solventes comunes incluyendo el agua; es soluble en general con alguna degradación, en ácidos minerales concentrados. Por hidrólisis ácida energética se degrada a glucosamina; la hidrólisis alcalina la desacetila grandemente, con una ligera reducción de la longitud de la cadena obteniéndose quitosano. Los usos mayores de la quitina son la producción de quitosano y glucosamina (11).

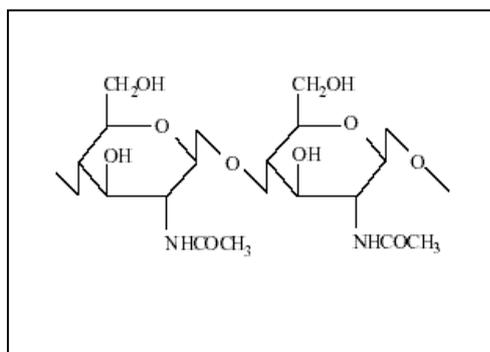


Figura1: Unidad repetitiva de la quitina [ $\beta(1-4)$ -2 acetamido -2 - Desoxi- glucosa ]

Por su parte el quitosano es también un polisacárido que se encuentra en estado natural en las paredes celulares de algunos hongos; sin embargo su principal fuente de producción es por hidrólisis de la quitina en medio alcalino. En 1894 fue estudiado por el científico Alemán Hoppe-Seyler quien lo denominó quitosano (12).

El quitosano comercial posee un grado de desacetilación alrededor del 70%, con masa molar no mayor de  $10^4 - 10^6$  gramos por mol (g / mol).

Como muchas de las propiedades del quitosano se encuentran íntimamente relacionadas con las de la quitina, se torna imprescindible la determinación de estos parámetros.

La distribución de la masa molar es influenciada por varios parámetros tales como: tiempo, temperatura, concentración de la base y condiciones atmosféricas empleadas en la reacción de N - desacetilación. Asimismo muestras de quitosano pueden tener características diferentes en cuanto a grado de desacetilación, viscosidad y masa molar (3).

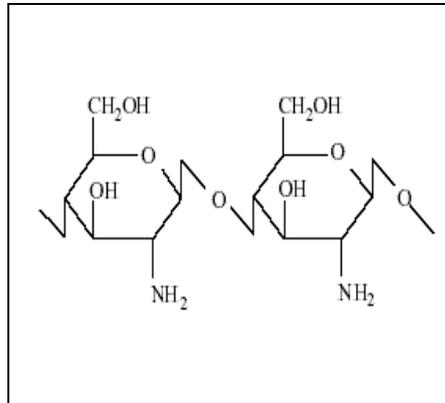


Figura 2: Unidad repetitiva del quitosano [ $\beta$ -(1,4)-2-Amino-2-desoxi-D-glucosa]

### 3.2 OBTENCIÓN DE QUITOSANO.

La obtención de quitosano es un proceso de modificación de la quitina, en el cual las unidades acetilo son eliminadas; se lleva a cabo por tratamiento con solución concentrada de hidróxido de sodio o potasio (40 – 50%) a altas temperaturas.

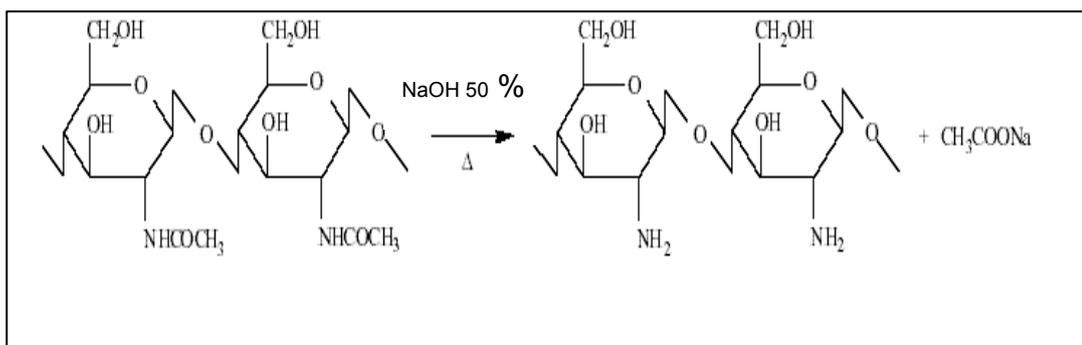
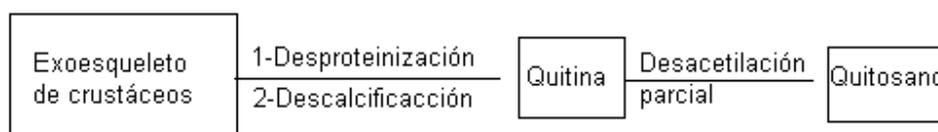


Figura 3: Reacción química (desacetilación) de obtención de quitosano.

El proceso de desacetilación se ve afectado por muchos factores que intervienen en dicha reacción como son: temperatura, tiempo, tamaño de partículas, agitación, concentración del álcali y el número de etapas de reacción.

Algunos estudios muestran que, altas temperaturas, al igual que el aumento en el número de etapas en que se lleva a cabo la reacción, incrementan el grado de desacetilación, pero reducen el peso molecular, por lo que se requiere menos tiempo de reacción, ya que disminuye la viscosidad de las soluciones. Partículas grandes requieren largos tiempos de hinchamiento, resultando una baja velocidad de desacetilación; asimismo la agitación constante es muy importante para obtener uniformidad en la reacción <sup>(15)</sup>.

En el siguiente esquema se aprecia los pasos elementales en la obtención del quitosano <sup>(12)</sup>.



### 3.3 PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DEL QUITOSANO

El quitosano es un sólido blanco, amorfo, cuya estructura es sustancialmente la de la quitina. Por las condiciones extremas de desacetilación, el quitosano tiene una cadena más corta que la de la quitina original, alrededor de 25 a 30 unidades menos de glucosamina.

El quitosano es soluble en soluciones ácidas acuosas y la viscosidad de estas soluciones dependen del grado de desacetilación y del grado de degradación del polímero, ya que se comporta como polielectrólito, causando interacciones repulsivas electrostáticas entre los grupos aminos ionizados a lo largo de la cadena polimérica.

El quitosano seco no tiene punto de fusión definido; cuando se guarda por tiempo relativamente largo a una temperatura cerca de 38°C se alteran sus características de viscosidad y solubilidad (11).

**TABLA 1. CLASIFICACIÓN DEL QUITOSANO SEGÚN SU VISCOSIDAD (11)**

No	QUITOSANO	VISCOSIDAD (cps)*
1	Quitosano de baja viscosidad	Menor de 50.
2	Quitosano de mediana viscosidad	50 – 200.
3	Quitosano de alta viscosidad	200 – 800.

\* Unidades de viscosidad en centipoise

Entre algunas reacciones que presenta el quitosano están:

- a) Formación de policomplejos, debido a su naturaleza policatiónica,
- b) Reacciones de entrecruzamiento,
- c) Reacción de cuaternización, que es la alquilación exhaustiva de los grupos aminos. (12)

### 3.4 USOS Y APLICACIONES DEL QUITOSANO

La presencia de grupos aminos en la cadena polimérica hace del quitosano uno de los materiales más versátiles que se estudian desde ya hace algún tiempo. La solubilidad y la viscosidad del quitosano son características que lo hacen aplicable a usos variados, así como su acción de “imán bioquímico”, capaz de detectar sustancias nocivas.

Por ejemplo, en el estómago humano, atrapa grasas como el colesterol y los triglicéridos, a los que conduce por el intestino, capturados hasta evacuarlos. En formulaciones farmacéuticas se utiliza como regulador del peso corporal, mientras que también sirve como regulador de la presión arterial, consecuente con la disminución de grasas. (Ver anexo 11)

En la Industria de alimentos se utiliza para dar consistencia y viscosidad a los aderezos para ensalada y mayonesas, como soporte para inmovilización de enzimas en la producción de maltosa, agente de oxidación controlada y preservante; en la agricultura y ganadería se emplea en recubrimiento de semillas para su conservación durante el almacenamiento, sistemas liberadores de fertilizantes y como aditivo para alimento de animales.

En Química Analítica se utiliza como intercambiadores de iones, adsorción de metales pesados, aplicaciones cromatográficas y fabricación de electrodos específicos para metales.



En Biomedicina se emplea en la fabricación de membranas para hemodiálisis, suturas biodegradables, sustituyentes artificiales de la piel, agente cicatrizante en quemaduras y sistemas liberadores de fármacos. En la actualidad es ampliamente utilizado en el tratamiento de agua, como agente floculante y coagulante, tratamiento de flotación para la remoción de aceite de pescado en agua, agente filtrante para piscinas y spas, remoción de metales y de surfactantes.

En la industria papelera, donde el principal insumo es la celulosa, el quitosano sirve para fijar y dar resistencia al papel, mientras una de sus más prometedoras aplicaciones podría ser como plástico biodegradable, sustituyendo al plástico tradicional derivado del petróleo, uno de los materiales más usados en el mundo y más difíciles de degradarse, lo que genera mucha contaminación. Otras de las aplicaciones están en la industria de los cosméticos, en donde el quitosano se introduce en cremas humectantes, pues es una molécula que absorbe el agua. Algunos fabricantes de champú lo utilizan como ingrediente, ya que desarrolla una película que da protección y brillo al cabello <sup>(12)</sup>.

### **3.5 PLOMO**

El plomo es un metal pesado (gravedad específica de 11.4 g/mL a 16 °C), de color azul blanquecino, que se empaña para adquirir un color gris mate.

Es dúctil y maleable; su fundición se produce a 327.4 °C y hierve a 1725 °C, las valencias químicas normales son 2 y 4. Es relativamente resistente al ataque de

ácido sulfúrico y ácido clorhídrico porque forma su propio revestimiento de óxido, pero se disuelve lentamente en ácido nítrico.

El plomo forma muchas sales, óxidos y compuestos órgano metálicos; industrialmente sus compuestos más importantes son los óxidos de plomo y el tetraetilo de plomo. Forma aleaciones con muchos metales y, en general se emplea en esta forma en la mayor parte de sus aplicaciones. Todas las aleaciones formadas con estaño, cobre, arsénico, antimonio, bismuto, cadmio y sodio tienen importancia industrial. Debido a la resistencia a la corrosión el plomo encuentra un amplio uso en la construcción, en particular en la industria química, el uso más amplio del plomo como metal, se encuentra en la fabricación de acumuladores. Antiguamente se usaba en la fabricación de pinturas, hasta que a partir de 1978 la pintura casera está casi libre de plomo, al igual que el uso de la gasolina con plomo se ha ido reduciendo con éxito progresivamente y las tuberías caseras ya no llevan plomo, debido a los efectos nocivos que se presentan a largo plazo prácticamente en cada sistema corporal, incluyendo el sistema nervioso y el cerebro, siendo los más perjudicados los fetos en desarrollo, los bebés y los niños pequeños que se ven afectados en su crecimiento y desarrollo, aún en cantidades mínimas de inhalación o ingesta, debido a que su cerebro y otros órganos están aún en desarrollo y pueden resultar afectados por cantidades pequeñas de plomo.

El plomo se encuentra en forma natural en el ambiente pero las mayores concentraciones encontradas en el medio ambiente son el resultado de las actividades humanas.

Las partículas grandes precipitan en el suelo o la superficie de aguas, las pequeñas partículas viajan a grandes distancias a través del aire y permanecen en la atmósfera; parte de este plomo cae de nuevo a la tierra cuando llueve; de esta manera muchas de las actividades humanas como la combustión del petróleo, procesos industriales y combustión de residuos sólidos contribuyen en el ciclo del plomo.

En la actualidad a aumentado el interés de ciertas sustancias que contienen plomo, sin embargo, las cantidades existentes en el aire y suelo de lugares cercanos a fabricas y obras en construcción siguen haciendo del plomo uno de los contaminantes ambientales de mayor riesgo para la salud.

El pigmento en el que interviene este elemento es el blanco de plomo  $[2 \text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2]$ ; otros pigmentos importantes son el sulfato de plomo y cromatos de plomo.

La solubilidad del plomo depende del tipo de compuestos ya que carbonatos, fosfatos y sulfatos son de baja solubilidad; acetatos y nitratos son mas solubles. Los compuestos insolubles pueden adherirse a las partículas suspendidas y a los sedimentos en el agua; al disminuir el pH, disminuye la interacción con los sedimentos y aumentaría la presencia de plomo en el cuerpo de agua.

El plomo puede entrar en el agua potable a través de la corrosión de las tuberías y esto es más común que ocurra cuando el agua es ligeramente ácida; por lo que se hace necesario un ajuste de pH <sup>(9)</sup>.

### **3.5.1 EFECTOS EN LA SALUD POR LA INGESTA DE PLOMO.**

La acumulación y toxicidad del plomo aparecen si se absorbe más de 0.5 gramos por día, la vida media del plomo en los huesos es de 32 años y en el riñón es de 7 años. El plomo que se acumula en el tejido nervioso y el hígado se eliminan solo en forma lenta por los agentes quelantes del plomo.

Las vías de penetración en el organismo son la digestiva y respiratoria y como no se desecha se va acumulando de tal forma, que cuando las cantidades son altas interfieren con diversas actividades de las enzimas, sobre todo las que tienen que ver con el crecimiento y desarrollo mental. Una intoxicación grave, durante la infancia puede producir daños neurológicos y renales severos, anemia e incluso la muerte. Si es moderada, afecta el desempeño físico e intelectual de tal forma que los trastornos en el aprendizaje y la conducta son irreversibles y pueden ocasionar hasta retraso mental. La presencia de plomo en el organismo ocasiona malestar estomacal, vómitos, convulsiones, marcha anormal, dolores de cabeza, irritabilidad, hiperactividad, inapetencia, aliento fétido, fatiga y la persona tiende a adelgazar; siendo éstas las primeras manifestaciones de saturnismo.

En los niños se ha comprobado que provoca un reblandecimiento en tejidos tan importantes como son los del cerebro, riñón, hígado y huesos.

Cuando dicho metal se acumula en los huesos impide el crecimiento y cuando lo hace en el cerebro, puede ocasionar ataques epilépticos, estado de coma e incluso la muerte. En los adultos, los niveles de plomo pueden ocasionar hipertensión arterial, dolor de cabeza, pérdida de la memoria y sabor metálico en la boca. (9)

### **3.5.2 TRATAMIENTO POR INTOXICACIÓN CON PLOMO.**

Primeramente se debe eliminar la fuente de exposición al plomo, lo cual facilita la auto limpieza del cuerpo con el tiempo. En el caso de los niños, una buena dieta puede protegerlos contra el envenenamiento con plomo, ya que si consumen dietas bajas en grasa y ricas en hierro, calcio y vitaminas absorben menos plomo. En casos de intoxicación leve con plomo, parte se quedará en el organismo y otra saldrá lentamente por la orina y la evacuación. En caso de intoxicación grave la persona debe recibir una terapia de quelación; hay muchas sustancias que actúan como quelantes: vitaminas, hemoglobina, pero uno de los más específicos es el aminoácido sintético llamado Sal disódica del ácido etilendiamino tetracético (Edetato disódico dihidratado = EDTA); el cual secuestra los radicales libres de dicho metal formando complejos, es decir que los convierte en sustancias no disociativas que el organismo puede eliminar fácilmente. (18)

## **V. DISEÑO METODOLÓGICO**

## **6.0 DISEÑO METODOLÓGICO.**

El diseño metodológico consta de 4 etapas que son:

- 4.1. Tipo de estudio.
- 4.2. Investigación Bibliográfica.
- 4.3. Investigación de campo.
  - 4.3.1 Universo.
  - 4.3.2 Muestra.
- 4.4. Parte experimental.

### **4.1 TIPO DE ESTUDIO.**

Es el esquema general que le da coherencia y sentido práctico a todas las actividades que se emprenden para buscar respuesta al problema y objetivos planteados.

El estudio que se realiza en esta investigación se puede clasificar según el período y secuencia del estudio, como transversal, ya que se estudian las variables simultáneamente haciendo un corte en el tiempo; y según el análisis y alcance de los resultados es experimental por estar netamente basado en aspectos prácticos, por lo tanto el tipo de estudio es: Transversal -Experimental.

## **4.2 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA.**

La recopilación bibliográfica relativa al tema en estudio se realizó en diferentes bibliotecas: Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia “Dr. Benjamín Orozco”, Biblioteca de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador, Biblioteca de la Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer (USAM) y Biblioteca de la Universidad Centroamericana José Simeón Cañas (UCA), así como también en sitios en Internet.

## **4.3 INVESTIGACIÓN DE CAMPO**

### **4.3.1 Universo**

Para este estudio se toma como universo a la quitina obtenida de diversas especies de crustáceos.

### **4.3.2 Muestra**

A partir de la quitina se obtienen 4 muestras de quitosano (2 se obtienen a 4 horas y otras dos a 6 horas de reacción).

A cada una de las muestras de quitosano se les determina el grado de desacetilación mediante una titulación potenciométrica, realizándose 3 réplicas para cada muestra.

Para determinar la capacidad que tiene el quitosano de retener plomo, se prepara una solución de 20 ppm de plomo, a partir de nitrato de plomo, a la cual se le determina la concentración real (concentración inicial) por

Espectrofotometría de Absorción Atómica. Ésta es la solución de trabajo o muestra de agua que sirve para estudiar la adsorción de plomo por el quitosano.

Debido a que se obtendrán 4 muestras de quitosano y para realizar 3 réplicas con cada uno, se toma un total de 12 muestras de la solución de trabajo y de ésta manera realizar el tratamiento de remoción de plomo.

Si en los resultados que se obtenga entre las cuatro muestras de quitosano se observa que existe una que retiene mayor cantidad de plomo, se seguirá realizando mas ensayos solo con dicha muestra, aumentando la cantidad de quitosano y manteniendo la concentración de la solución a 20 ppm, hasta lograr eliminar más del 90 % de la cantidad inicial de plomo de la solución de trabajo, de manera que el agua tratada se encuentre dentro de los límites permisibles que establece la Norma Salvadoreña.

Para el análisis de resultados experimentales puede aplicarse una prueba estadística que se denomina prueba de significación <sup>(13)</sup>. Como su nombre lo indica, esta aproximación prueba si son significativas las diferencias entre los dos resultados.

Para este caso las pruebas estadísticas que se emplean son:

- 1- La diferencia de medias de dos grupos ya que se tiene la información muestral de poblaciones que están relacionadas, es decir, los resultados del primer grupo no son independientes del segundo grupo y comprobar si los resultados difieren significativamente. <sup>(13)</sup>

2- La diferencia de medias de dos poblaciones independientes, ya que con este método se puede calcular una estimación conjunta de la desviación estándar a partir de las desviaciones estándar individuales de los dos grupos independientes, con el objetivo de comprobar si los resultados difieren significativamente entre un grupo y el otro. (13)

### **Comparación del grado de desacetilación en muestras relacionadas:**

Las hipótesis que se plantean son:

Para el quitosano de cuatro horas:

**Hipótesis nula  $H_0$ :** No existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido con el quitosano uno y dos a cuatro horas de reacción.

**Hipótesis alternativa  $H_1$ :** Existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido con el quitosano uno y dos de cuatro horas de reacción.

Para el quitosano de seis horas:

**Hipótesis nula  $H_0$ :** No existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido con el quitosano uno y dos de seis horas.

**Hipótesis alternativa  $H_1$ :** Existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido con el quitosano uno y dos de seis horas.

**Comparación del grado de desacetilación en muestras independientes:**

Las hipótesis que se plantean son:

**Hipótesis nula  $H_0$ :** No existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido en el quitosano de cuatro horas de reacción con el quitosano de seis horas de reacción.

**Hipótesis alternativa  $H_1$ :** Existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido en el quitosano de cuatro horas de reacción con el quitosano de seis horas de reacción.

**Comparación de resultados de remoción de plomo:**

Las hipótesis que se plantean son:

**Hipótesis nula  $H_0$ :** No existe diferencia significativa entre los resultados de remoción de plomo con el quitosano obtenido a 4 horas de reacción y el quitosano obtenido a 6 horas de reacción.

**Hipótesis alternativa  $H_1$ :** Existe diferencia significativa entre los resultados de remoción de plomo con el quitosano obtenido a cuatro horas de reacción y el quitosano obtenido a seis horas de reacción.

#### **4.4 PARTE EXPERIMENTAL.**

##### **4.4.1 Obtención de quitosano a partir de quitina. (5)**

La materia prima para la obtención de quitosano es la quitina, el cual se refluja con una solución concentrada de hidróxido de Sodio. Este proceso se realiza a dos tiempos de reacción diferentes, manteniendo constante la temperatura, concentración de Hidróxido de Sodio y la cantidad de quitina.

##### **Procedimiento:**

- 1- Pesar por separado cuatro muestras de quitina de 10 gramos cada una y colocarlas en un matraz de dos bocas con capacidad de 250 mL,
- 2- Adicionar 150 mL de Hidróxido de Sodio al 50 %,
- 3- Adaptar un refrigerante y termómetro, refluja las mezclas, dos muestras durante 4 horas y las otras dos muestras por 6 horas, a temperatura de 105°C haciendo uso de un hot plate.
- 4- Purificar el producto obtenido por filtrado a través de un tamiz, realizando lavados con agua destilada hasta eliminar la alcalinidad del medio utilizando solución indicadora de fenolftaleína en el filtrado hasta que ésta no cambie de color, posteriormente secar en estufa a 105 °C por media hora.

En la figura siguiente se esquematiza el procedimiento anterior.

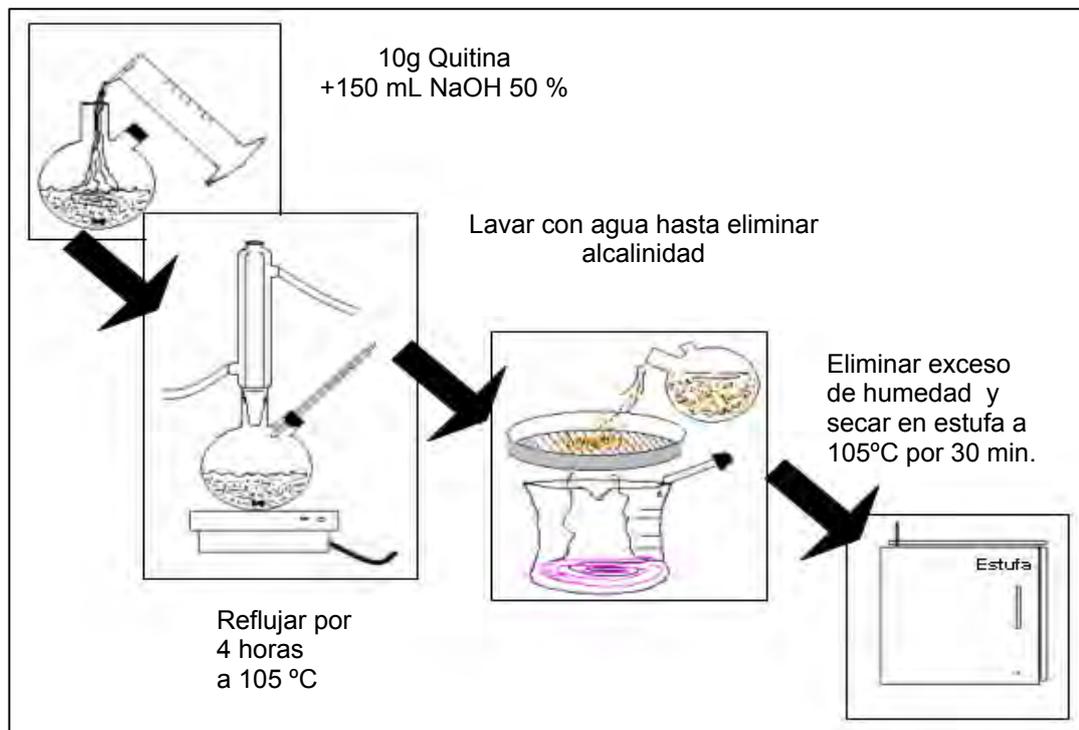


Figura 4: Esquema de obtención de quitosano.

La reacción de desacetilación que se lleva es la siguiente:

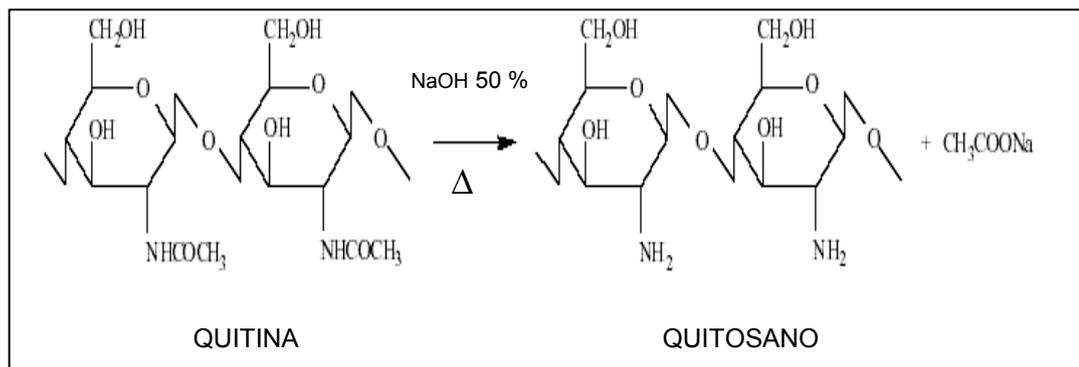


Figura 5: Reacción de obtención de quitosano

#### 4.4.2 Determinación del grado de desacetilación del quitosano. (4)

El grado de desacetilación es equivalente al porcentaje de grupos amino ( $\% \text{NH}_2$ ) presentes en la cadena polimérica del quitosano, (4) y su determinación se lleva a cabo por medio de una titulación potenciométrica.

En este procedimiento se realizan 3 réplicas con cada una de las muestras de quitosano, como se observa en la siguiente figura con el quitosano 1 obtenido a 4 horas.

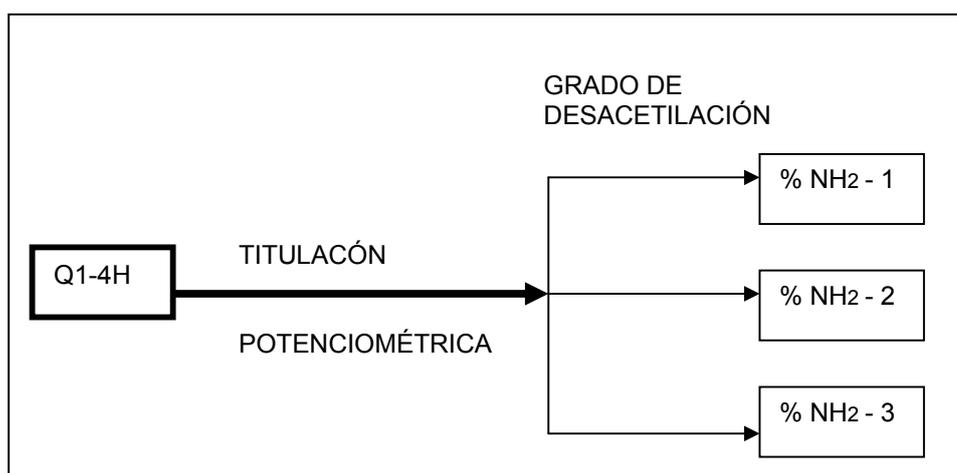


Figura 6: Diagrama para determinar el grado de desacetilación.

#### Procedimiento:

Pesar por separado 0.25g de cada una de las muestras obtenidas anteriormente (dos muestras a 4 horas y dos muestras a 6 horas) y disolver en 10 mL de HCl 0.3M titrisol, luego titular potenciométricamente con solución de hidróxido de sodio 0.1M previamente estandarizado, (ver anexo 9) haciendo uso de un pHmetro, midiendo el cambio de pH de la mezcla en cada

adición de 1 mL de base añadida. Realizar este procedimiento con cada una de las muestras de quitosano (ver tablas de la 2 a la 5).

Con estos datos construir los gráficos volumen versus pH de cada una de las muestras y determinar el grado de desacetilación aplicando el criterio de la primera derivada.

El pHmetro que se utiliza, es calibrado según su respectivo manual, con solución buffer pH 4.0, 7.0 y 10.0.

Para determinar el grado de desacetilación se aplica la siguiente fórmula:

$$\%NH_2 = \frac{16.1(y-x)f}{w} \quad (1)$$

Donde:

y: es el punto de inflexión mayor en la gráfica de la primera derivada

x: es el punto de inflexión menor en la gráfica de la primera derivada

f: es la molaridad de la solución de hidróxido de sodio

w: peso en gramos de la muestra

16.1: factor que es un valor relacionado con el peso equivalente

#### **4.4.3 Influencia del grado de desacetilación en la remoción de plomo.**

En esta etapa se determina la influencia del grado de desacetilación en la retención de plomo haciendo uso de la Espectrofotometría de Absorción Atómica, el cual se basa en aspirar la muestra hacia una llama, a la cual se dirige un rayo luminoso a través de la misma hasta un monocromador llegando al detector que mide la luz absorbida por el elemento atomizado en la llama, que tiene su propia longitud de onda característica, se usa como fuente luminosa una lámpara compuesta de plomo con el fin de proporcionar un método relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación.

Para dicha determinación se prepara una solución de trabajo de 20 ppm de plomo a partir de nitrato de plomo. De cada una de las muestras de quitosano pesar en balanza analítica 0.1 g y colocar en un erlenmeyer de 250 mL, adicionar 200 mL de la solución de 20 mg/L de plomo y agitar la suspensión por 24 horas usando un agitador magnético; finalmente filtrar por gravedad a través de papel watman # 41 en frascos de vidrio color ámbar y almacena en refrigeración debidamente rotulados.

En este procedimiento se lleva tres réplicas de cada muestra de quitosano, obteniéndose un total de 12 muestras para lectura de plomo (ver resultados en anexo 1).

Posteriormente se determina la concentración de plomo en el filtrado en cada muestra y en la solución de trabajo, utilizando un Espectrofotómetro de Absorción Atómica, a una longitud de onda de 283.3 nm. (Ver método en anexo 7). Para la curva de calibración se usan estándares de 5, 10, y 20 ppm.

En la Fig. 7 se muestra paso a paso el procedimiento mencionado anteriormente.

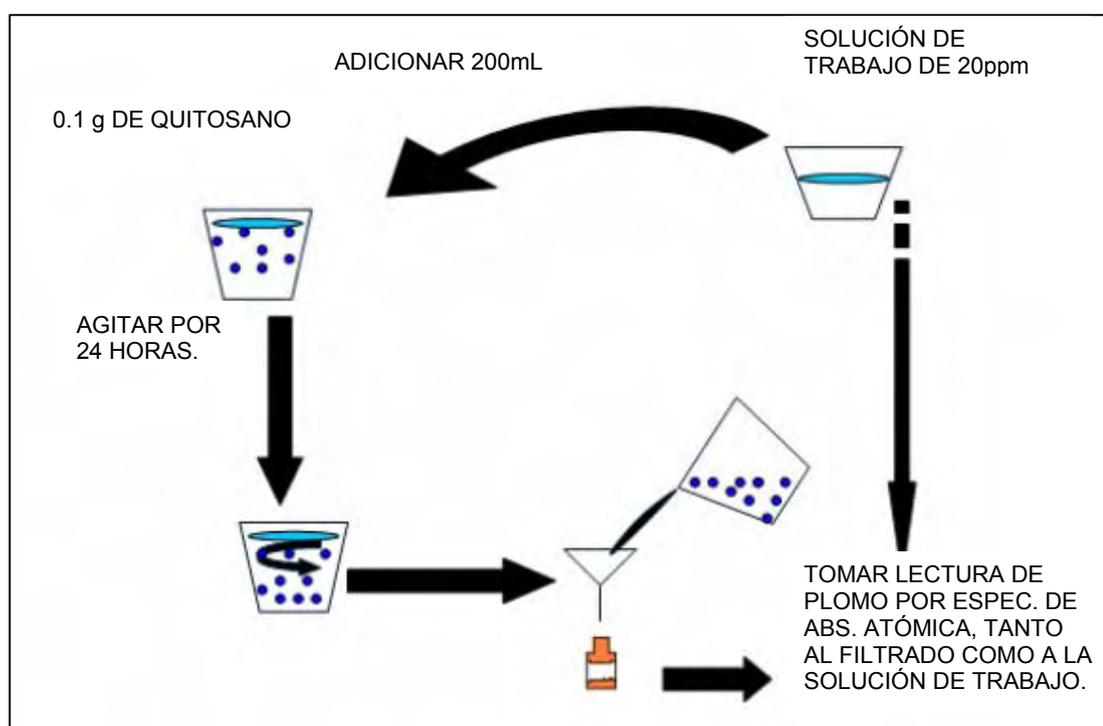


Figura 7: Esquema de remoción de plomo del agua.

Con la muestra que retenga mayor concentración de plomo, seguir probando éste mismo ensayo, aumentando la cantidad de quitosano y utilizar la misma concentración de la solución de trabajo (20 ppm de plomo), hasta lograr eliminar más del 90 % del plomo inicial de la solución de trabajo.

## **V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS**

## 5.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

### 5.1 OBTENCIÓN DE QUITOSANO

Como resultado de la reacción de desacetilación de la quitina se obtuvo el quitosano, en el cual se varió el tiempo de reacción entre 4 y 6 horas de reflujo, con el objetivo de obtener dos grados de desacetilación diferentes.

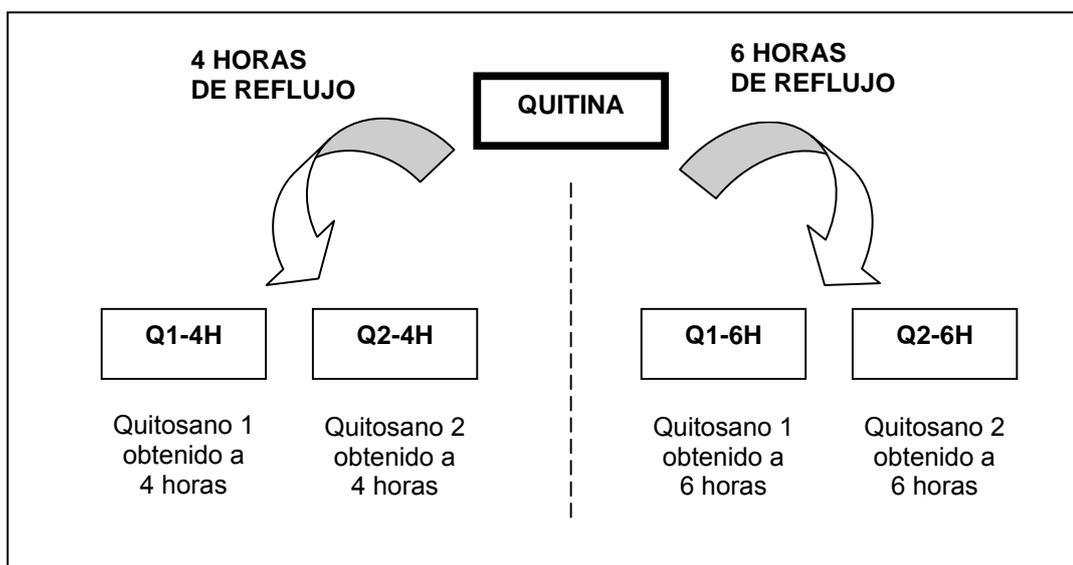


Figura 8: Diagrama de obtención de quitosano.

Para comprobar si los resultados de grado de desacetilación son reproducibles, se obtuvieron dos muestras de quitosano con cada tiempo de reacción.

## 5.2 DETERMINACIÓN DEL GRADO DE DESACETILACIÓN.

### 5.2.1 VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA CORRESPONDIENTE A LA MUESTRA DE QUITOSANO UNO (Q1-4H).

En las siguientes tablas se reportan los resultados de la valoración potenciométrica de las muestras de quitosano para determinar el grado de desacetilación, en donde:

$V$  (mL): es el volumen de hidróxido de sodio añadido hasta 50 mL(\*).

$pH$  : es el pH que experimenta la mezcla por cada mL de base añadida (\*\*).

$\bar{V}$  : es el volumen promedio (\*) que se calcula con la fórmula  $(V_1+V_2)/ 2$ , hasta 50mL.

Por ejemplo el volumen promedio al adicionar 7 mL, será:  $(6+7)/ 2 = 6.5\text{mL}$ .

$\Delta pH / \Delta V$  : es el cambio de pH con respecto al volumen (\*) y se calcula dividiendo  $\Delta pH$  entre  $\Delta V$ , en donde:  $\Delta pH = pH_2 - pH_1$  y  $\Delta V = V_2 - V_1$ .

Por ejemplo para calcular la primera derivada al adicionar 1mL NaOH 0.1 M se calcula de la siguiente manera:

$$\Delta pH = 1.20 - 1.17 = 0.03$$

$$\Delta V = 1 - 0 = 1$$

$$\Delta pH / \Delta V = \frac{0.03}{1} = 0.03$$

De la misma manera se calculan los resultados de cada una de las muestras de quitosano, los cuales podemos observar en la tabla siguiente.

**TABLA 2: RESULTADO DE 3 TITULACIONES DE LA MUESTRA (Q1-4H).**

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
		1ª derivada				1ª derivada				1ª derivada	
V*(mL)	pH*	$\bar{V}$ *	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$ *	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.17			0	1.19			0	1.17		
1	1.20	0.5	0.03	1	1.24	0.5	0.05	1	1.18	0.5	0.01
2	1.24	1.5	0.04	2	1.27	1.5	0.03	2	1.21	1.5	0.03
3	1.31	2.5	0.07	3	1.33	2.5	0.06	3	1.24	2.5	0.03
4	1.36	3.5	0.06	4	1.37	3.5	0.04	4	1.29	3.5	0.05
5	1.42	4.5	0.06	5	1.44	4.5	0.03	5	1.33	4.5	0.04
6	1.47	5.5	0.05	6	1.49	5.5	0.05	6	1.36	5.5	0.03
7	1.54	6.5	0.07	7	1.56	6.5	0.07	7	1.41	6.5	0.04
8	1.59	7.5	0.05	8	1.61	7.5	0.05	8	1.47	7.5	0.06
9	1.66	8.5	0.07	9	1.68	8.5	0.07	9	1.53	8.5	0.06
10	1.72	9.5	0.06	10	1.75	9.5	0.07	10	1.59	9.5	0.06
11	1.81	10.5	0.09	11	1.83	10.5	0.08	11	1.66	10.5	0.07
12	1.90	11.5	0.09	12	1.92	11.5	0.09	12	1.74	11.5	0.08
13	2.01	12.5	0.11	13	2.01	12.5	0.09	13	1.83	12.5	0.09
14	2.14	13.5	0.13	14	2.14	13.5	0.13	14	1.94	13.5	0.11
15	2.30	14.5	0.16	15	2.30	14.5	0.16	15	2.09	14.5	0.15
16	2.56	15.5	0.26	16	2.56	15.5	0.26	16	2.28	15.5	0.19
17	3.23	16.5	0.67	17	3.16	16.5	0.60	17	2.64	16.5	0.36
18	4.98	<b>17.5</b>	<b>1.75</b>	18	5.02	<b>17.5</b>	<b>1.86</b>	18	4.02	<b>17.5</b>	<b>1.38</b>
19	5.49	18.5	0.51	19	5.45	18.5	0.43	19	5.23	18.5	1.21
20	5.76	19.5	0.27	20	5.72	19.5	0.27	20	5.61	19.5	0.38
21	5.98	20.5	0.22	21	5.91	20.5	0.19	21	5.86	20.5	0.25
22	6.15	21.5	0.17	22	6.14	21.5	0.23	22	6.08	21.5	0.22
23	6.33	22.5	0.18	23	6.31	22.5	0.17	23	6.27	22.5	0.19
24	6.43	23.5	0.1	24	6.45	23.5	0.14	24	6.43	23.5	0.16
25	6.56	24.5	0.13	25	6.57	24.5	0.12	25	6.57	24.5	0.14
26	6.63	25.5	0.07	26	6.65	25.5	0.08	26	6.67	25.5	0.10
27	6.70	26.5	0.07	27	6.74	26.5	0.09	27	6.74	26.5	0.07
28	6.78	27.5	0.08	28	6.76	27.5	0.02	28	6.77	27.5	0.03
29	6.88	28.5	0.01	29	6.92	28.5	0.12	29	6.90	28.5	0.13
30	7.22	29.5	0.34	30	7.31	29.5	0.39	30	7.50	29.5	0.60
31	9.16	<b>30.5</b>	<b>1.94</b>	31	9.37	<b>30.5</b>	<b>2.06</b>	31	10.35	<b>30.5</b>	<b>2.85</b>
32	10.11	31.5	0.95	32	11.16	31.5	1.79	32	11.38	31.5	1.03
33	11.46	32.5	0.35	33	11.50	32.5	0.34	33	11.64	32.5	0.26
34	11.64	33.5	0.18	34	11.66	33.5	0.16	34	11.79	33.5	0.15
35	11.76	34.5	0.12	35	11.77	34.5	0.11	35	11.85	34.5	0.06
36	11.83	35.5	0.07	36	11.84	35.5	0.07	36	11.87	35.5	0.02
37	11.89	36.5	0.06	37	11.88	36.5	0.04	37	12.00	36.5	0.03
38	11.94	37.5	0.05	38	11.93	37.5	0.05	38	12.01	37.5	0.01
39	11.98	38.5	0.04	39	11.97	38.5	0.04	39	12.03	38.5	0.02

**TABLA 2: continuación...**

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
		1ª derivada				1ª derivada				1ª derivada	
V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
40	12.01	39.5	0.03	40	12.00	39.5	0.03	40	12.05	39.5	0.02
41	12.03	40.5	0.02	41	12.03	40.5	0.03	41	12.06	40.5	0.01
42	12.06	41.5	0.03	42	12.06	41.5	0.03	42	12.08	41.5	0.02
43	12.07	42.5	0.01	43	12.08	42.5	0.02	43	12.10	42.5	0.02
44	12.08	43.5	0.01	44	12.10	43.5	0.02	44	12.11	43.5	0.01
46	12.12	45.5	0.02	46	12.13	45.5	0.01	46	12.15	45.5	0.02
47	12.14	46.5	0.02	47	12.15	46.5	0.02	47	12.16	46.5	0.01
48	12.15	47.5	0.01	48	12.16	47.5	0.01	48	12.18	47.5	0.02
49	12.16	48.5	0.01	49	12.17	48.5	0.01	49	12.19	48.5	0.01
50	12.18	49.5	0.02	50	12.18	49.5	0.01	50	12.20	49.5	0.01

En la tabla 2 se puede observar que el cambio de pH con respecto al volumen incrementa levemente, hasta un punto en que se observa un cambio bastante considerable. El volumen promedio en que se da este cambio es el punto de inflexión (punto de inflexión menor); al continuar adicionando base, el cambio de pH tiende a disminuir, hasta que nuevamente se observa otro aumento (punto de inflexión mayor). Además si se comparan las 3 titulaciones se puede observar que aunque los cambios de pH no son exactamente iguales, los puntos de inflexión se dieron en el mismo volumen añadido. Dichos puntos de inflexión son los que se utilizarán para calcular el grado de desacetilación en cada una de las titulaciones.

A continuación se presentan los gráficos de la primera titulación potenciométrica y la primera derivada de quitosano uno, obtenido a cuatro horas (Q1-4H).

(Ver tabla 2)

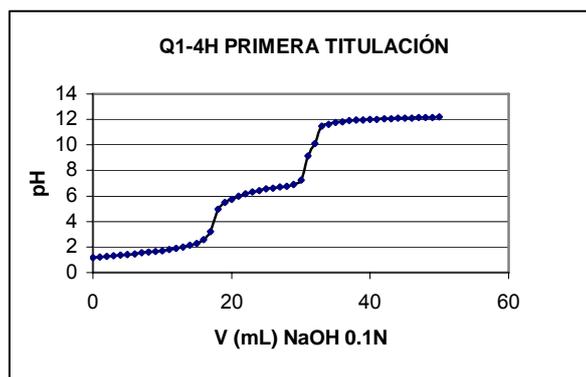


Figura 9: Gráfico valoración potenciométrica con (Q1-4H) primera titulación.

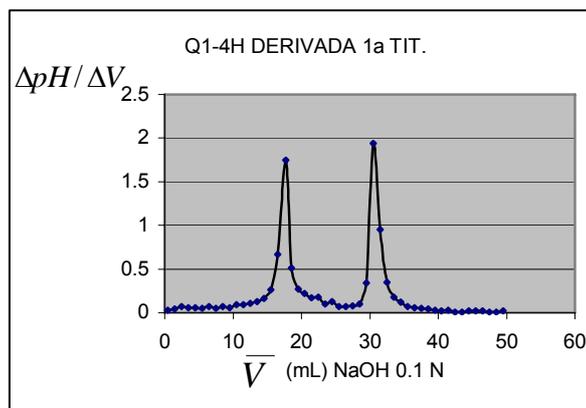


Figura 10: Gráfico primera derivada con (Q1-4H) primera titulación

En la Fig. 9 se observa gráficamente la tendencia de los resultados de la valoración potenciométrica, en la cual no se logra visualizar exactamente los puntos de inflexión; mientras que en la Fig. 10, la primera derivada permite observar claramente dichos puntos. Los máximos corresponden a los puntos de inflexión, lo cual son necesarios para calcular el grado de desacetilación.

En los siguientes dos gráficos se muestran los resultados obtenidos en la segunda titulación potenciométrica y la primera derivada de quitosano uno, obtenido a cuatro horas (Q1-4H). (Ver tabla 2)

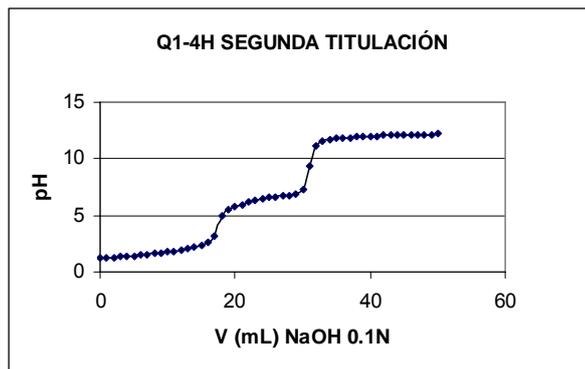


Figura 11: Gráfico valoración potenciométrica con (Q1-4H) segunda titulación.

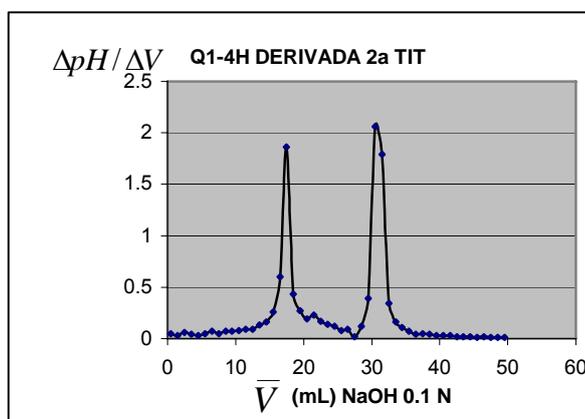


Figura 12: Gráfico primera derivada con (Q1-4H) segunda titulación

Se puede observar que los gráficos de la segunda titulación (Fig.12) son similares a los de la primera titulación (Fig.10), ya que los puntos de inflexión se obtuvieron en el mismo volumen promedio de NaOH 0.1M adicionado, además que son datos experimentales obtenidos de la misma muestra de quitosano.

En las figuras 13 y 14 se representa gráficamente los resultados obtenidos en la tercera titulación potenciométrica y la primera derivada de quitosano uno, obtenido a cuatro horas (Q1-4H). (Ver tabla 2)

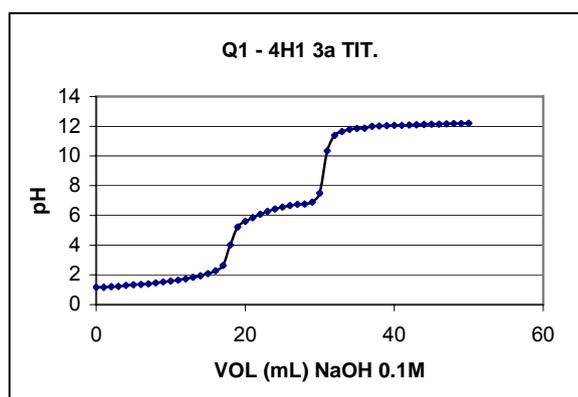


Figura 13: Gráfico valoración potenciométrica con (Q1-4H) tercera titulación.

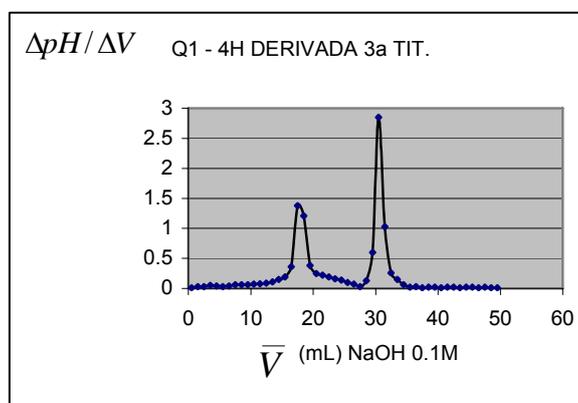


Figura 14: Gráfico primera derivada con (Q1-4H) tercera titulación.

A pesar de que los cambios de pH fueron diferentes en las 3 titulaciones, los puntos de inflexión ocurrieron en el mismo volumen promedio adicionado, obteniéndose gráficos similares; esto se debe a que las 3 titulaciones pertenecen a la misma muestra (muestra de quitosano 1 obtenido a 4 horas).

### 5.2.2 VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA DE LA MUESTRA DE QUITOSANO 2 OBTENIDO A 4 HORAS (Q2-4H).

Los resultados que se tabulan a continuación corresponden a tres titulaciones potenciométricas realizadas a la muestra de quitosano 2 obtenido a 4 horas, con el objetivo de encontrar los puntos de inflexión y poder calcular el grado de desacetilación de dicha muestra.

**TABLA 3: RESULTADO DE LAS 3 TITULACIONES DE LA MUESTRA (Q2-4H).**

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
V(mL)	pH	1ª derivada		V(mL)	pH	1ª derivada		V(mL)	pH	1ª derivada	
		$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$			$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$			$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.15			0	1.11			0	1.19		
1	1.19	0.5	0.04	1	1.13	0.5	0.02	1	1.23	0.5	0.04
2	1.25	1.5	0.06	2	1.19	1.5	0.06	2	1.28	1.5	0.05
3	1.30	2.5	0.05	3	1.24	2.5	0.05	3	1.33	2.5	0.05
4	1.35	3.5	0.05	4	1.30	3.5	0.06	4	1.38	3.5	0.5
5	1.40	4.5	0.05	5	1.34	4.5	0.04	5	1.43	4.5	0.05
6	1.46	5.5	0.06	6	1.41	5.5	0.07	6	1.49	5.5	0.06
7	1.51	6.5	0.05	7	1.46	6.5	0.05	7	1.55	6.5	0.0
8	1.58	7.5	0.07	8	1.53	7.5	0.07	8	1.61	7.5	70.06
9	1.64	8.5	0.06	9	1.57	8.5	0.04	9	1.67	8.5	0.06
10	1.70	9.5	0.06	10	1.67	9.5	0.10	10	1.74	9.5	0.07
11	1.77	10.5	0.07	11	1.73	10.5	0.06	11	1.82	10.5	0.08
12	1.86	11.5	0.09	12	1.82	11.5	0.09	12	1.90	11.5	0.08
13	1.95	12.5	0.09	13	1.92	12.5	0.10	13	1.99	12.5	0.09
14	2.07	13.5	0.12	14	2.04	13.5	0.12	14	2.10	13.5	0.11
15	2.22	14.5	0.15	15	2.19	14.5	0.15	15	2.23	14.5	0.13
16	2.42	15.5	0.20	16	2.42	15.5	0.23	16	2.44	15.5	0.21
17	2.82	16.5	0.41	17	2.72	16.5	0.30	17	2.81	16.5	0.37
18	3.25	17.5	0.43	18	4.05	<b>17.5</b>	<b>1.33</b>	18	4.38	<b>17.5</b>	<b>2.07</b>
19	5.23	<b>18.5</b>	<b>1.92</b>	19	5.33	18.5	1.28	19	5.33	18.5	0.95
20	5.57	19.5	0.34	20	5.53	19.5	0.20	20	5.68	19.5	0.35
21	5.80	20.5	0.23	21	5.79	20.5	0.26	21	5.92	20.5	0.24
22	6.05	21.5	0.25	22	5.99	21.5	0.20	22	6.14	21.5	0.22
23	6.23	22.5	0.18	23	6.17	22.5	0.18	23	6.31	22.5	0.39
24	6.40	23.5	0.17	27	6.34	23.5	0.17	24	6.47	23.5	0.33
25	6.52	24.5	0.12	25	6.48	24.5	0.14	25	6.59	24.5	0.12
26	6.59	25.5	0.07	26	6.59	25.5	0.11	26	6.67	25.5	0.08

TABLA 3: continuación...

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
		1ª derivada				1ª derivada				1ª derivada	
V (mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
27	6.69	26.5	0.10	27	6.61	26.5	0.02	27	6.73	26.5	0.06
28	6.70	27.5	0.01	28	6.71	27.5	0.10	28	6.78	27.5	0.05
29	6.88	28.5	0.18	29	6.75	28.5	0.04	29	6.91	28.5	0.13
30	7.32	29.5	0.35	30	7.98	29.5	1.23	30	7.55	29.5	0.64
31	8.45	30.5	1.22	31	10.05	<b>30.5</b>	<b>2.07</b>	31	10.36	<b>30.5</b>	<b>2.81</b>
32	10.47	<b>31.5</b>	<b>2.02</b>	32	10.61	31.5	0.56	32	11.38	31.5	1.02
33	11.31	32.5	0.84	33	11.25	32.5	0.64	33	11.63	32.5	0.25
34	11.52	33.5	0.21	34	11.48	33.5	0.23	34	11.77	33.5	0.14
35	11.66	34.5	0.14	35	11.61	34.5	0.16	35	11.87	34.5	0.10
36	11.76	35.5	0.10	36	11.65	35.5	0.04	36	11.93	35.5	0.06
37	11.82	36.5	0.06	37	11.71	36.5	0.06	37	11.98	36.5	0.05
38	11.87	37.5	0.05	38	11.77	37.5	0.06	38	12.02	37.5	0.04
39	11.91	38.5	0.04	39	11.82	38.5	0.05	39	12.06	38.5	0.04
40	11.94	39.5	0.03	40	11.87	39.5	0.05	40	12.09	39.5	0.03
41	11.97	40.5	0.03	41	11.91	40.5	0.04	41	12.12	40.5	0.03
42	12.00	41.5	0.03	42	11.94	41.5	0.03	42	12.14	41.5	0.02
43	12.02	42.5	0.02	43	11.96	42.5	0.02	43	12.16	42.5	0.02
44	12.04	43.5	0.02	44	11.99	43.5	0.03	44	12.17	43.5	0.01
45	12.06	44.5	0.02	45	12.02	44.5	0.03	45	12.19	44.5	0.02
46	12.08	45.5	0.02	46	12.03	45.5	0.01	46	12.20	45.5	0.01
47	12.10	46.5	0.02	47	12.06	46.5	0.03	47	12.22	46.5	0.02
48	12.11	47.5	0.01	48	12.07	47.5	0.01	48	12.23	47.5	0.01
49	12.12	48.5	0.01	49	12.09	48.5	0.02	49	12.24	48.5	0.01
50	12.14	49.5	0.02	50	12.11	49.5	0.02	50	12.25	49.5	0.01

Al comparar los puntos de inflexión de la primera titulación con los de la segunda y tercera titulación, se encuentra que no se dieron en el mismo punto, pero, si se calcula la diferencia entre el punto de inflexión mayor y el punto de inflexión menor en cada una de las titulaciones, se obtiene el mismo resultado, por lo tanto esto no afectará el cálculo del grado de desacetilación de la muestra (Q2-4H).

A continuación se presentan los gráficos de la valoración potenciométrica y la primera derivada correspondiente a la primera titulación de quitosano dos obtenido a cuatro horas (Q2-4H). (Ver tabla 3) como se observó con la muestra de Q1-4H.

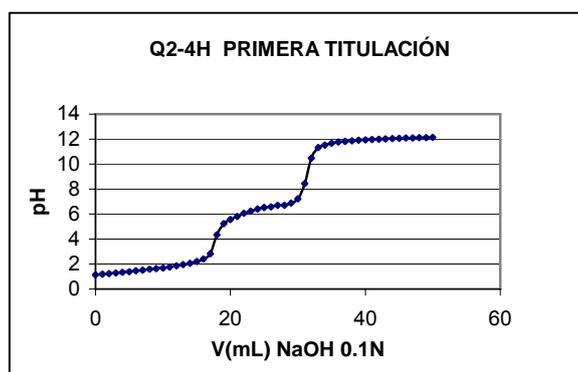


Figura 15: Gráfico valoración potenciométrica con (Q2-4H) primera titulación.

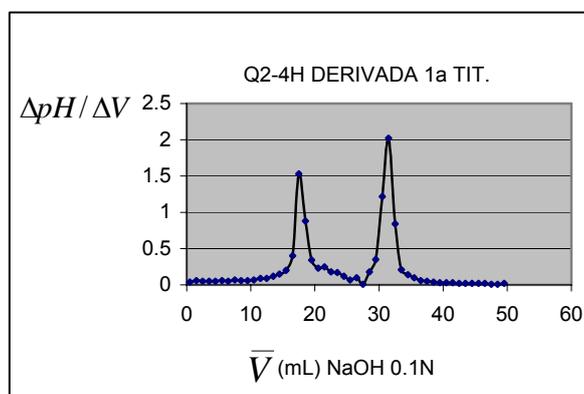


Figura 16: Gráfico primera derivada con (Q2-4H) primera titulación.

En las figuras 15 y 16 se puede notar la similitud de los resultados con las tres titulaciones del quitosano uno de 4 horas, ya que los puntos de inflexión se encuentran cercanos en ambas muestras.

Las siguientes figuras (17 y 18) son la representación gráfica de la segunda titulación potenciométrica y la primera derivada de la muestra de quitosano 2 obtenida a 4 horas. (Ver tabla 3)

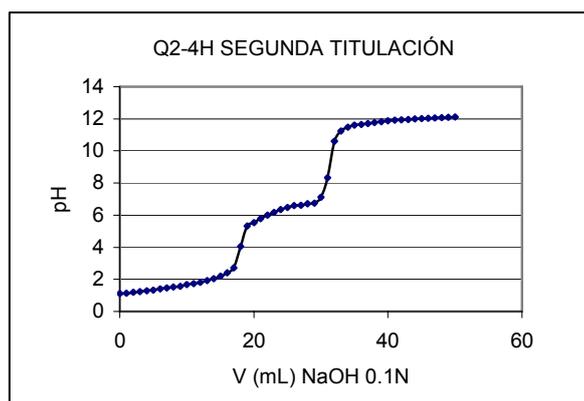


Figura 17: Gráfico valoración potenciométrica con (Q2-4H) segunda titulación.

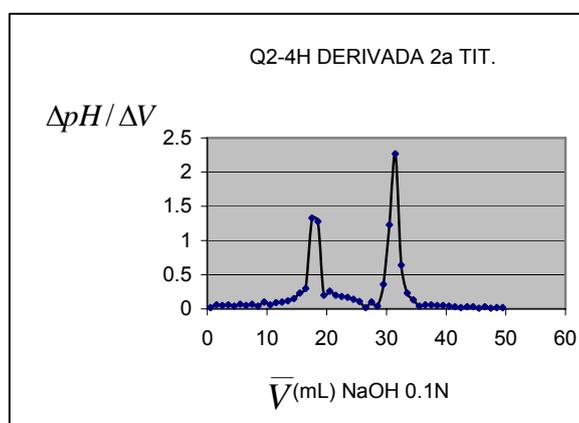


Figura 18: Gráfico primera derivada con (Q2-4H) segunda titulación.

En los máximos de la primera derivada de la segunda titulación (Fig. 18), se puede observar una pequeña variabilidad con respecto a la primera derivada de la primera titulación (Fig. 16), debido a que los puntos de inflexión mayor y menor se obtuvieron en diferente volumen promedio de hidróxido de sodio.

A continuación se presenta el gráfico correspondiente a la tercera titulación de la segunda muestra de quitosano obtenido a 4 horas, con su respectiva derivada (ver tabla 3).

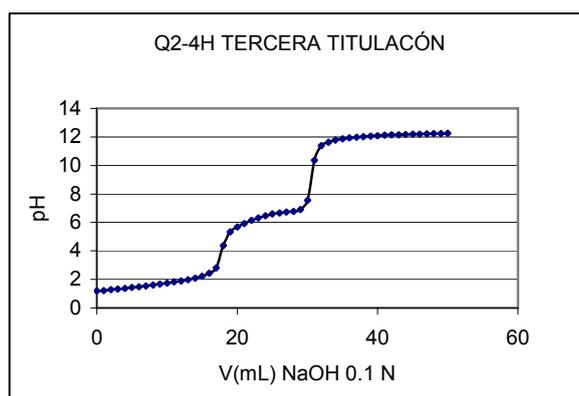


Figura 19: Gráfico valoración potenciométrica con (Q2-4H) tercera titulación.

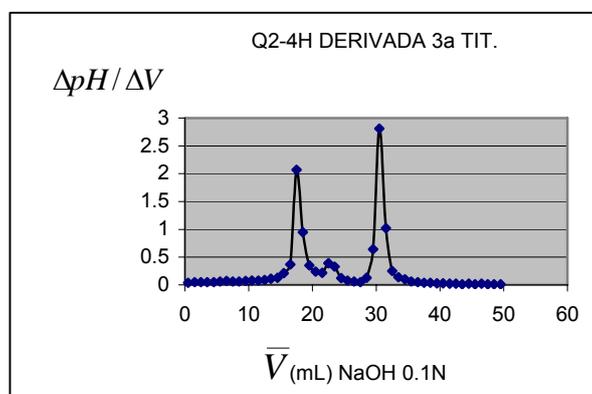


Figura 20: Gráfico primera derivada con (Q2-4H) tercera titulación.

Si se compara los gráficos de las tres titulaciones de la muestra (Q2-4H) con los de la muestra (Q1-4H) se puede observar que a pesar de que son muestras diferentes, los resultados dieron similares debido a que dichas muestras de quitosano han sido obtenidas a las mismas condiciones de reacción.

### 5.2.3 VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA DE LA MUESTRA DE QUITOSANO 1 OBTENIDO A 6 HORAS (Q1-6H).

En la tabla siguiente se agrupan los resultados obtenidos en las tres titulaciones potenciométricas con su respectiva derivada, realizadas a la primera muestra de quitosano de 6 horas

**TABLA 4: RESULTADO DE 3 TITULACIONES DE LA MUESTRA (Q1-6H)**

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
V(mL)	pH	1ª derivada		V(mL)	pH	1ª derivada		V(mL)	pH	1ª derivada	
		$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$			$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$			$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.38			0	1.26			0	1.28		
1	1.39	0.5	0.01	1	1.27	0.5	0.01	1	1.30	0.5	0.02
2	1.43	1.5	0.04	2	1.32	1.5	0.05	2	1.35	1.5	0.05
3	1.50	2.5	0.07	3	1.36	2.5	0.04	3	1.41	2.5	0.06
4	1.53	3.5	0.03	4	1.43	3.5	0.07	4	1.45	3.5	0.04
5	1.60	4.5	0.07	5	1.48	4.5	0.05	5	1.52	4.5	0.07
6	1.66	5.5	0.06	6	1.55	5.5	0.07	6	1.57	5.5	0.05
7	1.71	6.5	0.05	7	1.59	6.5	0.04	7	1.61	6.5	0.04
8	1.76	7.5	0.05	8	1.68	7.5	0.09	8	1.69	7.5	0.08
9	1.84	8.5	0.08	9	1.73	8.5	0.05	9	1.77	8.5	0.08
10	1.90	9.5	0.06	10	1.81	9.5	0.08	10	1.83	9.5	0.06
11	1.98	10.5	0.08	11	1.88	10.5	0.07	11	1.90	10.5	0.07
12	2.05	11.5	0.07	12	1.98	11.5	0.1	12	2.03	11.5	0.13
13	2.16	12.5	0.11	13	2.08	12.5	0.1	13	2.18	12.5	0.15
14	2.29	13.5	0.13	14	2.22	13.5	0.14	14	2.34	13.5	0.16
15	2.50	14.5	0.21	15	2.48	14.5	0.26	15	2.58	14.5	0.24
16	2.83	15.5	0.33	16	2.95	15.5	0.47	16	2.88	15.5	0.30
17	4.03	<b>16.5</b>	<b>1.20</b>	17	4.16	<b>16.5</b>	<b>1.21</b>	17	4.21	<b>16.5</b>	<b>1.33</b>
18	5.12	17.5	1.09	18	5.17	17.5	1.01	18	5.47	17.5	1.26
19	5.46	18.5	0.34	19	5.51	18.5	0.34	19	5.99	18.5	0.52
20	5.68	19.5	0.22	20	5.73	19.5	0.22	20	6.25	19.5	0.26
21	5.86	20.5	0.18	21	5.92	20.5	0.19	21	6.43	20.5	0.18
22	5.99	21.5	0.13	22	6.05	21.5	0.13	22	6.55	21.5	0.12
23	6.14	22.5	0.15	23	6.16	22.5	0.11	23	6.66	22.5	0.09

TABLA 4: Continuación...

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
		1ª derivada				1ª derivada				1ª derivada	
V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
24	6.28	23.5	0.14	24	6.30	23.5	0.14	24	6.72	23.5	0.08
25	6.39	24.5	0.11	25	6.43	24.5	0.13	25	6.81	24.5	0.09
26	6.48	25.5	0.09	26	6.52	25.5	0.09	26	6.86	25.5	0.05
27	6.50	26.5	0.02	27	6.57	26.5	0.05	27	6.89	26.5	0.03
28	6.59	27.5	0.09	28	6.60	27.5	0.03	28	6.91	27.5	0.02
29	6.60	28.5	0.01	29	6.69	28.5	0.09	29	6.98	28.5	0.07
30	6.92	29.5	0.32	30	6.91	29.5	0.22	30	7.71	29.5	0.73
31	7.69	30.5	0.77	31	8.07	30.5	1.16	31	8.77	30.5	1.06
32	9.19	<b>31.5</b>	<b>1.50</b>	32	9.53	<b>31.5</b>	<b>1.46</b>	32	10.19	<b>31.5</b>	<b>1.42</b>
33	10.62	32.5	1.43	33	10.77	32.5	1.24	33	10.95	32.5	0.76
34	10.92	33.5	0.30	34	11.08	33.5	0.31	34	11.27	33.5	0.32
35	11.08	34.5	0.16	35	11.25	34.5	0.17	35	11.46	34.5	0.19
36	11.19	35.5	0.11	36	11.35	35.5	0.10	36	11.60	35.5	0.14
37	11.27	36.5	0.08	37	11.42	36.5	0.07	37	11.69	36.5	0.09
38	11.31	37.5	0.04	38	11.49	37.5	0.07	38	11.75	37.5	0.06
39	11.37	38.5	0.06	39	11.53	38.5	0.04	39	11.82	38.5	0.07
40	11.41	39.5	0.04	40	11.57	39.5	0.04	40	11.85	39.5	0.05
41	11.44	40.5	0.03	41	11.60	40.5	0.03	41	11.91	40.5	0.06
42	11.48	41.5	0.04	42	11.64	41.5	0.04	42	11.95	41.5	0.04
43	1.51	42.5	0.03	43	11.66	42.5	0.02	43	11.97	42.5	0.03
44	11.53	43.5	0.02	44	11.68	43.5	0.02	44	11.99	43.5	0.02
45	11.56	44.5	0.03	45	11.71	44.5	0.03	45	12.00	44.5	0.01
46	11.58	45.5	0.02	46	11.72	45.5	0.01	46	12.01	45.5	0.01
47	11.60	46.5	0.02	47	11.74	46.5	0.02	47	12.03	46.5	0.03
48	11.61	47.5	0.01	48	11.76	47.5	0.02	48	12.04	47.5	0.01
49	11.63	48.5	0.02	49	11.77	48.5	0.01	49	12.06	48.5	0.02
50	11.64	49.5	0.01	50	11.79	49.5	0.01	50	12.07	49.5	0.01

Si se comparan las 3 titulaciones se puede observar que aunque los cambios de pH no son exactamente iguales, los puntos de inflexión se dan en el mismo volumen promedio. Las 3 titulaciones pertenecen a la misma muestra de quitosano y por lo tanto los resultados fueron similares.

A continuación se encuentra la representación gráfica de la primera valoración potenciométrica y derivada de la muestra (Q1-6H) (ver tabla 4)

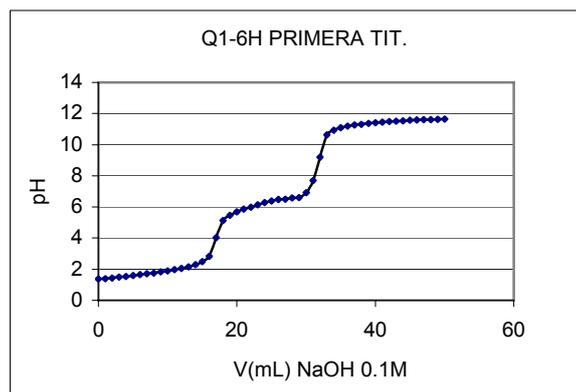


Figura 21: Gráfico valoración potenciométrica con (Q1-6H); primera titulación.

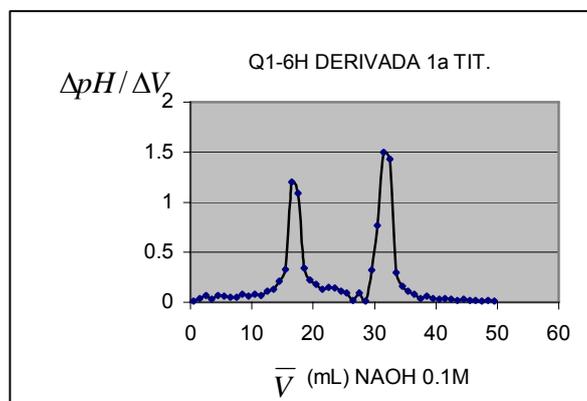


Figura 22: Gráfico primera derivada con (Q1-6H); primera titulación.

Si se observa cuidadosamente la figura 22, se encuentra que los picos correspondientes a los puntos de inflexión han disminuido, con respecto a las muestras obtenidas a cuatro horas, debido a que el cambio de pH con respecto al volumen ha disminuido.

A continuación los gráficos de la segunda titulación y primera derivada de la muestra de quitosano uno de 6 horas. (Ver tabla 4)

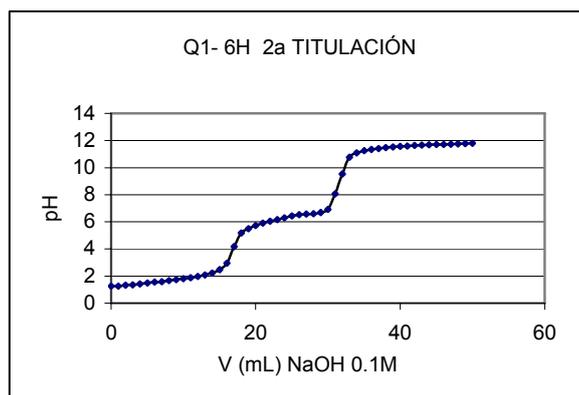


Figura 23: Gráfico valoración potenciométrica con (Q1-6H) segunda titulación.

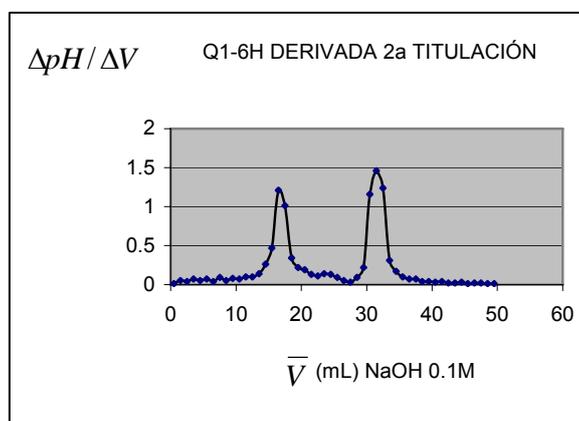


Figura 24: Gráfico primera derivada con (Q1-6H); segunda titulación.

En el gráfico de la primera derivada (Fig.24) se puede observar la similitud de los resultados con la primera titulación de la muestra (Fig.22), ya que los puntos de inflexión se dieron en el mismo punto de la valoración.

A continuación los gráficos de la tercera titulación de la muestra (Q1-6H) (ver tabla 4)

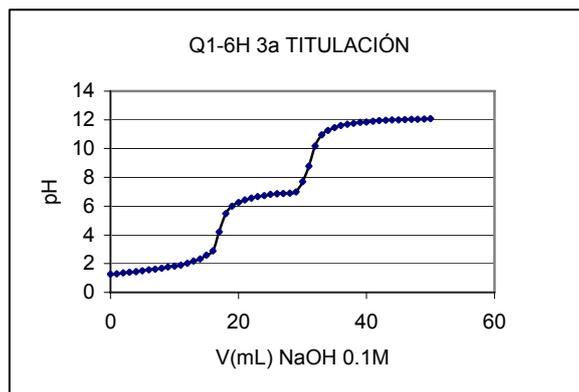


Figura 25: Gráfico valoración potenciométrica con (Q1-6H); tercera titulación.

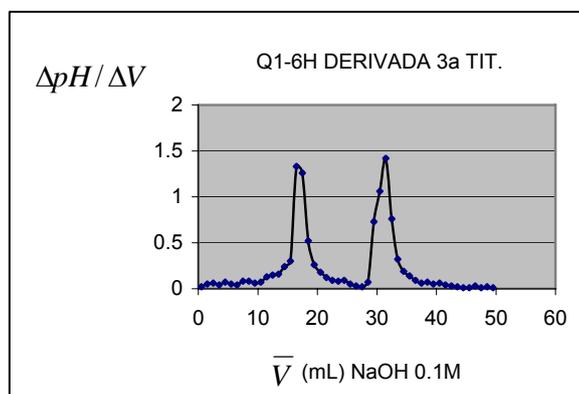


Figura 26: Gráfico primera derivada con (Q1-6H); tercera titulación.

Al observar y comparar los gráficos de la valoración potenciométrica y la primera derivada de cada titulación de la muestra Q1-6H, los puntos de inflexión son similares. Las 3 titulaciones son réplicas de dicha muestra de quitosano.

#### 5.2.4 VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA DE LA MUESTRA DE QUITOSANO 2 OBTENIDO A 6 HORAS (Q2-6H).

De la misma manera que con las otras muestras de quitosano, se tabulan los resultados de la primera, segunda y tercera titulación de la segunda muestra de quitosano obtenido a 6 horas.

**TABLA 5: RESULTADO DE LAS 3 TITULACIONES DE LA MUESTRA (Q2-6H)**

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
		1ª derivada				1ª derivada				1ª derivada	
V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.13			0	1.08			0	1.1		
1	1.18	0.5	0.05	1	1.13	0.5	0.05	1	1.13	0.5	0.03
2	1.21	1.5	0.03	2	1.21	1.5	0.08	2	1.16	1.5	0.03
3	1.28	2.5	0.07	3	1.25	2.5	0.04	3	1.19	2.5	0.03
4	1.33	3.5	0.05	4	1.32	3.5	0.07	4	1.24	3.5	0.05
5	1.41	4.5	0.08	5	1.37	4.5	0.05	5	1.31	4.5	0.03
6	1.45	5.5	0.04	6	1.45	5.5	0.08	6	1.37	5.5	0.06
7	1.52	6.5	0.07	7	1.5	6.5	0.05	7	1.45	6.5	0.08
8	1.58	7.5	0.06	8	1.57	7.5	0.07	8	1.51	7.5	0.06
9	1.66	8.5	0.08	9	1.65	8.5	0.08	9	1.59	8.5	0.08
10	1.72	9.5	0.06	10	1.72	9.5	0.07	10	1.68	9.5	0.09
11	1.81	10.5	0.09	11	1.79	10.5	0.07	11	1.76	10.5	0.08
12	1.91	11.5	0.10	12	1.90	11.5	0.11	12	1.87	11.5	0.11
13	2.02	12.5	0.011	13	20.1	12.5	0.11	13	1.96	12.5	0.09
14	2.16	13.5	0.14	14	2.15	13.5	0.14	14	2.09	13.5	0.13
15	2.37	14.5	0.21	15	2.35	14.5	0.20	15	2.31	14.5	0.22
16	2.68	15.5	0.31	16	2.69	15.5	0.34	16	3.40	15.5	1.09
17	4.08	<b>16.5</b>	<b>1.40</b>	17	3.96	<b>16.5</b>	<b>1.27</b>	17	4.81	<b>16.5</b>	<b>1.41</b>
18	5.06	17.5	0.98	18	5.17	17.5	1.21	18	5.69	17.5	0.88
19	5.61	18.5	0.45	19	5.35	18.5	0.36	19	5.99	18.5	0.30
20	5.84	19.5	0.23	20	5.77	19.5	0.24	20	6.22	19.5	0.23
21	6.06	20.5	0.22	21	5.98	20.5	0.21	21	6.41	20.5	0.19
22	6.24	21.5	0.18	22	6.15	21.5	0.17	22	6.58	21.5	0.17
23	6.41	22.5	0.17	23	6.32	22.5	0.17	23	6.72	22.5	0.14

TABLA 5: Continuación...

PRIMERA TITULACIÓN				SEGUNDA TITULACIÓN				TERCERA TITULACIÓN			
		1ª derivada				1ª derivada				1ª derivada	
V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	V(mL)	pH	$\bar{V}$	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
24	6.53	23.5	0.12	24	6.47	23.5	0.15	24	6.85	23.5	0.13
25	6.68	24.5	0.15	25	6.59	24.5	0.12	25	6.96	24.5	0.11
26	6.78	25.5	0.10	26	6.68	25.5	0.09	26	7.04	25.5	0.08
27	6.84	26.5	0.06	27	6.76	26.5	0.08	27	7.11	26.5	0.07
28	6.92	27.5	0.08	28	6.79	27.5	0.03	28	7.15	27.5	0.08
29	6.99	28.5	0.07	29	6.91	28.5	0.12	29	7.21	28.5	0.06
30	7.38	29.5	0.39	30	7.45	29.5	0.54	30	7.52	29.5	0.31
31	8.86	30.5	1.48	31	8.86	30.5	1.41	31	8.48	30.5	0.96
32	10.57	<b>31.5</b>	<b>1.71</b>	32	10.67	<b>31.5</b>	<b>1.81</b>	32	10.25	<b>31.5</b>	<b>1.77</b>
33	11.29	32.5	0.72	33	11.29	32.5	0.62	33	10.91	32.5	0.66
34	11.60	33.5	0.31	34	11.53	33.5	0.24	34	11.35	33.5	0.44
35	11.71	34.5	0.11	35	11.65	34.5	0.12	35	11.62	34.5	0.27
36	11.86	35.5	0.15	36	11.75	35.5	0.10	36	11.79	35.5	0.17
37	11.94	36.5	0.08	37	11.81	36.5	0.06	37	11.9	36.5	0.11
38	12.00	37.5	0.06	38	11.87	37.5	0.06	38	11.98	37.5	0.08
39	12.05	38.5	0.05	39	11.91	38.5	0.04	39	12.03	38.5	0.05
40	12.08	39.5	0.03	40	11.95	39.5	0.04	40	12.09	39.5	0.06
41	12.11	40.5	0.03	41	11.99	40.5	0.04	41	12.19	40.5	0.07
42	12.13	41.5	0.02	42	12.00	41.5	0.01	42	12.20	41.5	0.01
43	12.16	42.5	0.03	43	12.02	42.5	0.02	43	12.23	42.5	0.03
44	12.18	43.5	0.02	44	12.04	43.5	0.02	44	12.28	43.5	0.05
45	12.20	44.5	0.02	45	12.07	44.5	0.03	45	12.31	44.5	0.03
46	12.21	45.5	0.01	46	12.08	45.5	0.01	46	12.32	45.5	0.01
47	12.23	46.5	0.02	47	12.09	46.5	0.01	47	12.33	46.5	0.01
48	12.24	47.5	0.01	48	12.11	47.5	0.02	48	12.35	47.5	0.02
49	12.26	48.5	0.02	49	12.12	48.5	0.01	49	12.36	48.5	0.01
50	12.27	49.5	0.01	50	12.13	49.5	0.01	50	12.37	49.5	0.01

A continuación los gráficos de la primera titulación de la muestra (Q2-6H) (Ver tabla 5)

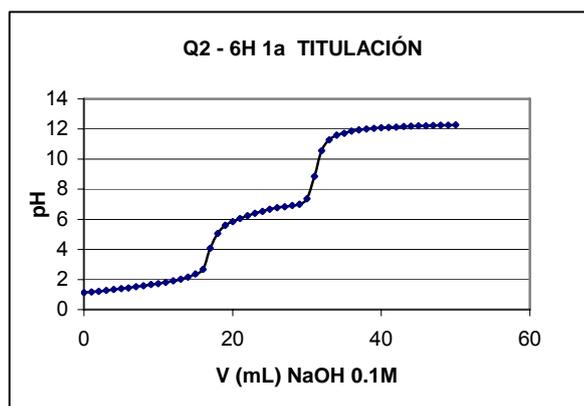


Figura 27: Gráfico valoración potenciométrica con (Q2-6H); primera titulación.

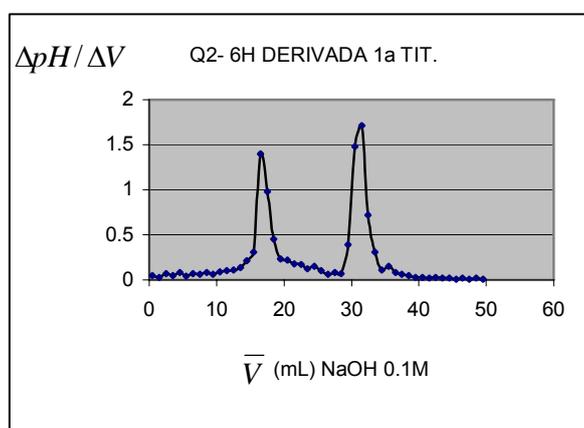


Figura 28: Gráfico primera derivada con (Q2-6H); primera titulación.

Según los resultados representados en las figuras 27 y 28, la segunda muestra de seis horas en ésta primera valoración, se ha comportado de manera similar a la primera muestra de seis horas.

Gráficos correspondientes a la segunda titulación de la muestra (Q2-6H)  
(ver tabla 5)

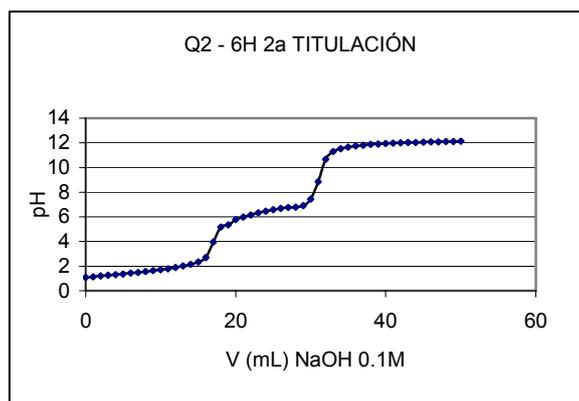


Figura 29: Gráfico valoración potenciométrica con (Q2-6H); segunda titulación.

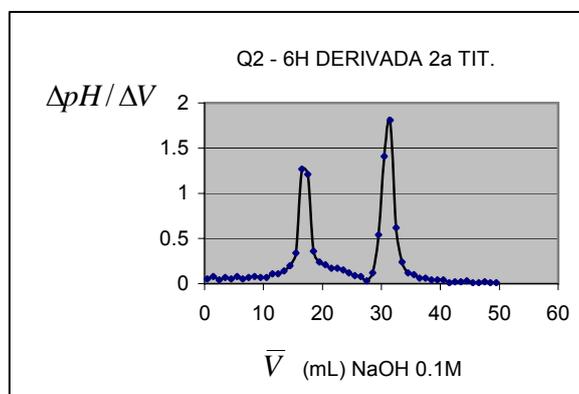


Figura 30: Gráfico primera derivada con (Q2-6H); segunda titulación.

Al comparar la figura 30 con la figura 28, se observa que los puntos de inflexión se dan en el mismo volumen promedio, y difieren únicamente en la intensidad de los picos, es decir, en el cambio de pH con respecto al volumen.

A continuación se presenta el gráfico de la tercera titulación de la muestra (Q2-6H) con su respectiva derivada. (ver tabla 5)

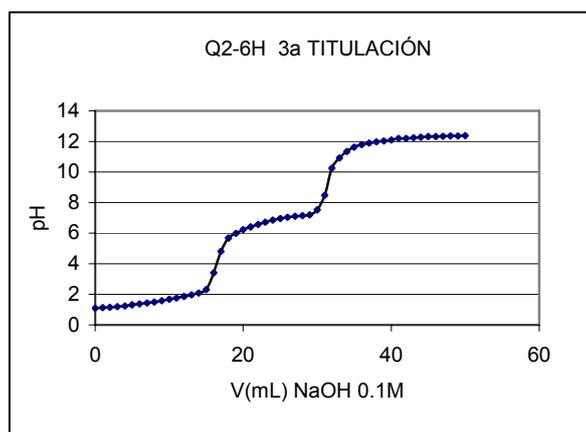


Figura 31: Gráfico valoración potenciométrica con (Q2-6H); tercera titulación.

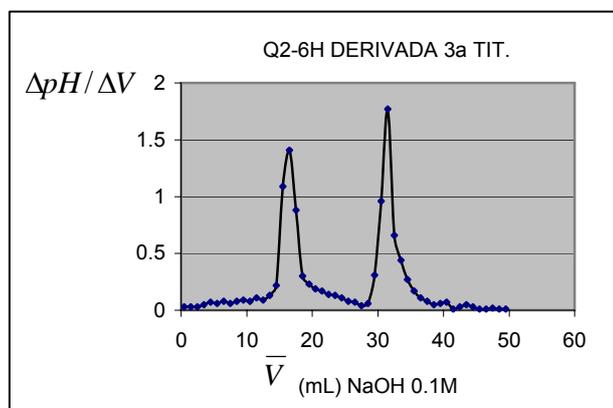


Figura 32: Gráfico primera derivada con (Q2-6H); tercera titulación.

Los resultados obtenidos en las 3 titulaciones de la muestra Q2-6H y los obtenidos con la muestra Q1-6H difieren únicamente en el cambio de pH, mientras que los puntos máximos se dan exactamente en el mismo volumen promedio, por lo que las 2 muestras de quitosano obtenidas a las

mismas condiciones son similares y se espera que el grado de desacetilación promedio en ambas muestras, sean también similares.

### 5.3 CÁLCULO PARA DETERMINAR EL GRADO DE DESACETILACIÓN.

El grado de desacetilación se determina basándose en los resultados obtenidos con la primera derivada (ver tablas de la 2 a la 5) mediante el uso de la fórmula:

$$\%NH_2 = \frac{16.1(y - x)f}{w}$$

Donde:

y: es el punto de inflexión mayor en la gráfica de la primera derivada

x: es el punto de inflexión menor en la gráfica de la primera derivada

f: es la molaridad de la solución de hidróxido de sodio

w: peso en gramos de la muestra

16.1: factor que es un valor relacionado con el peso equivalente

Por ejemplo: para determinar el grado de desacetilación del quitosano 1 obtenido a 4 horas (Q1-4H) primera titulación, se hace de la siguiente manera:

Peso de quitosano ( $w$ ) = 0.2512g

Molaridad del hidróxido de sodio ( $f$ ) = 0.1

Factor de corrección de NaOH 0.1M (FC) = 1.01525

$y(\text{mL}) = 30.5 \times \text{FC} = 30.96\text{mL}$  (ver punto de inflexión mayor en tabla 2)

$x(\text{mL}) = 17.5 \times \text{FC} = 17.77\text{mL}$  (ver punto de inflexión menor en tabla 2)

$$\%NH_2 = \frac{16.1(30.96\text{mL} - 17.77\text{mL}) \times 0.1}{0.2512\text{g}} = 84.54\%$$

Los resultados obtenidos con cada quitosano se presentan en las tablas 6 y 7.

**TABLA 6: RESULTADOS DE GRADO DE DESACETILACIÓN (NH<sub>2</sub>) DEL QUITOSANO OBTENIDO A 4 HORAS.**

	$Q_1 - 4H$			$Q_2 - 4H$		
	1a. Tit.	2a. Tit.	3a. Tit.	1a. Tit.	2a. Tit.	3a. Tit.
Peso(g)	0.2512	0.2510	0.2527	0.2528	0.2529	0.2507
$x(\text{mL})^{**}$	17.77	17.77	17.77	18.78	17.77	17.77
$y(\text{mL})^{**}$	30.96	30.96	30.96	31.98	30.96	30.96
$\%NH_2$	84.54%	84.61%	83.70%	84.07%	83.97%	84.71

\*\* Los valores de "x" e "y" han sido corregidos con el factor de corrección del NaOH 0.1M

**TABLA 7: RESULTADOS DE GRADO DE DESACETILACIÓN (NH<sub>2</sub>) DEL QUITOSANO OBTENIDO A 6 HORAS.**

	$Q_1 - 6H$			$Q_2 - 6H$		
	1a. Tit.	2a. Tit.	3a. Tit.	1a. Tit.	2a. Tit.	3a. Tit.
Peso(g)	0.2522	0.2529	0.2502	0.2514	0.2501	0.2507
$x(\text{mL})^{**}$	16.75	16.75	16.75	16.75	16.75	16.75
$y(\text{mL})^{**}$	31.98	31.98	31.98	31.98	31.98	31.98
$\%NH_2$	97.23%	96.96%	98.04%	97.54%	98.04%	97.81%

En las tablas 6 y 7 se puede observar que la proporción de grupos amino es mayor en el quitosano obtenido a 6 horas que en el obtenido a 4 horas de reacción y según la bibliografía consultada, el grado de desacetilación se ve aumentado al aumentar el tiempo de reacción (15).

#### **5.4 COMPARACIÓN DE RESULTADOS DE GRADO DE DESACETILACIÓN.**

Para la comparación de los resultados obtenidos primeramente se evaluarán por separado aplicando el método de la diferencia de medias de dos poblaciones relacionadas, es decir que se comparará los resultados de Q1-4H con Q2-4H y luego Q1-6H con Q2-6H, debido a que no es posible comparar los dos grupos sin antes verificar que no existe diferencia significativa entre ellos, ya que cualquier variación debida al método se verá afectada por causa de las diferencias entre las muestras comparadas.

De no existir diferencia significativa entre cada grupo relacionado se puede comparar los dos grupos independientes (Q-4H con Q-6H) aplicando el método de la diferencia de medias de dos poblaciones independientes, donde se puede calcular una estimación conjunta de la desviación estándar a partir de las dos desviaciones estándar individuales <sup>(13)</sup>.

##### **5.4.1 COMPARACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS DE GRADO DE DESACETILACIÓN ENTRE QUITOSANO UNO Y DOS DE CUATRO HORAS DE REACCIÓN (Q1-4H) Y (Q2-4H).**

Para dicho análisis se plantean las siguientes hipótesis:

**H<sub>0</sub>:** No existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos con el quitosano 1 de 4 horas(Q1-4H) y quitosano 2 de 4 horas (Q2- 4H).

**H<sub>1</sub>:** Existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos con el quitosano 1 de 4 horas (Q1-4H) y quitosano 2 de 4 horas (Q2- 4H).

**TABLA 8: DETERMINACIÓN DE LA DIFERENCIA ENTRE QUITOSANO UNO Y DOS DE 4 HORAS.**

No.	$Q_1 - 4H$	$Q_2 - 4H$	Diferencia $D_i$ $(X_{1i} - X_{2i})$	$(X_{1i} - X_{2i})^2$
1	84.54%	84.07%	0.47	0.2209
2	84.61%	83.97%	0.64	0.4096
3	83.70%	84.71%	-1.01	1.0201
			$\sum = 0.1$	$\sum = 1.6506$

Cálculos:

$$\sum_{i=1}^n D_i = 0.1 \qquad \bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n}$$

Donde:

$D_i$  = diferencia entre el valor i-ésimo en el grupo 1 y el valor i-ésimo en el grupo 2.

$\bar{D}$  = diferencia promedio

$S^2 D$  = varianza de la diferencia

$SD$  = desviación estándar de la diferencia.

$$\bar{D} = \frac{0.1}{3} = 0.0333 \qquad \sum_{i=1}^n D_i^2 = 1.6506$$

$$n = 3$$

$$S^2 D = \frac{\sum_{i=1}^n D_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n D_i\right)^2}{n}}{n-1} = \frac{1.6506 - \frac{(0.1)^2}{3}}{3-1} = 0.8236 \qquad SD = 0.9075$$

Puesto que se quiere probar si las dos desviaciones estándar difieren significativamente, es decir si hay diferencia entre el grado de desacetilación del quitosano uno y quitosano dos de 4 horas se utiliza una prueba de dos colas, en la cual las hipótesis nula y alternativa se pueden expresar en la forma siguiente:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 \text{ ó } \mu_1 - \mu_2 = 0$$

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 \text{ ó } \mu_1 - \mu_2 \neq 0$$

Si se selecciona un nivel de significación de 0.05 con 2 grados de libertad (n-1), en la tabla de distribución t se encuentra el valor 4.3027 <sup>(2)</sup> y la regla de decisión puede expresarse de la forma siguiente:

$$\text{Rechazar } H_0 \text{ si } t_2 > + 4.3027$$

$$\text{ó } t_2 < - 4.3027$$

$$t_{n-1} = \frac{\frac{\bar{D}}{S_D}}{\sqrt{n}} \qquad t_2 = \frac{0.0333}{\frac{0.9075}{\sqrt{3}}} = 0.0635$$

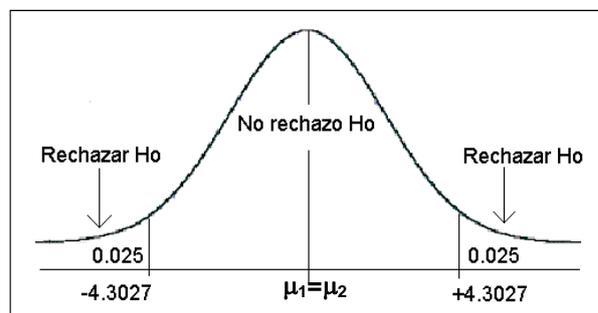


Figura No 33: Prueba de dos colas con nivel de significación de 0.05 y dos grados de libertad.

Puesto que  $-4.3027 < 0.0635 < 0.3027$  no se rechaza  $H_0$ , por lo tanto de lo anterior se concluye que no existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido con el quitosano 1 (Q1-4H) y quitosano 2 (Q2-4H) de 4 horas de reacción.

#### 5.4.2 COMPARACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS DE GRADO DE DESACETILACIÓN CON QUITOSANO UNO Y DOS DE SEIS HORAS DE REACCIÓN (Q1-6H) Y (Q2-6H).

**TABLA 9: DETERMINACIÓN DE LA DIFERENCIA ENTRE LOS RESULTADOS DE QUITOSANO 1 Y 2 DE SEIS HORAS DE REACCIÓN.**

No	Q1-6H	Q2-6H	Diferencia $D_i$ $(X_{1i} - X_{2i})$	$D_i^2 = (X_{1i} - X_{2i})^2$
1	97.23 %	97.54 %	-0.31	0.0961
2	96.96 %	98.04 %	-1.08	1.1664
3	98.04 %	97.81 %	0.23	0.0529
			$\sum = -1.16$	$\sum = 1.3154$

Cálculos:

$$\sum_{i=1}^n D_i = -1.16 \qquad \sum_{i=1}^n D_i^2 = 1.3154 \qquad n = 3$$

$$\bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n} \qquad \bar{D} = \frac{-1.16}{3} = -0.3866$$

$$S^2 D = \frac{\sum_{i=1}^n D_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n D_i\right)^2}{n}}{n-1} = \frac{1.3154 - \frac{(-1.16)^2}{3}}{3-1} = 0.4334 \qquad SD = 0.6583$$

Si se selecciona un nivel de significancia de 0.05 con 2 grados de libertad (n-1), en la tabla de distribución t se encuentra el valor 4.3027 <sup>(2)</sup> y la regla de decisión puede expresarse de la forma siguiente:

Rechazar  $H_0$  si  $t_2 > + 4.3027$

ó  $t_2 < - 4.3027$

$$t_{n-1} = \frac{\bar{D}}{\frac{S_D}{\sqrt{n}}} = \frac{-0.3866}{\frac{0.6583}{\sqrt{2}}} = -0.8305$$

Puesto que  $- 4.3027$  es  $< - 0.8305 < + 4.3027$ , no se rechaza la hipótesis nula, por lo tanto de lo anterior se concluye que no existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación obtenido con el quitosano 1 (Q1-6H) y quitosano 2 (Q2-6H) de seis horas de reacción.

Ya que no existe diferencia significativa entre los dos grupos relacionados (Q1-4H con Q2-4H y Q1-6H con Q2-6H) se puede aplicar la prueba para la diferencia de medias de dos poblaciones independientes, es decir comparar el quitosano obtenido a 4 horas con el obtenido a 6 horas de reacción (Q-4H con Q-6H) en las cuales las varianzas de las dos muestras  $(S_1^2, S_2^2)$  se pueden reunir o combinar para formar un estimado  $S_p^2$  de la varianza común de la población.

### 5.4.3 COMPARACIÓN DE GRADO DE DESACETILACIÓN DE QUITOSANO OBTENIDO A CUATRO HORAS Y QUITOSANO OBTENIDO A SEIS HORAS DE REACCIÓN.

Para el análisis se plantean las siguientes hipótesis:

**Ho:** No existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación del quitosano obtenido a cuatro horas con el obtenido a seis horas

**H1:** Existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación del quitosano obtenido a cuatro horas con el obtenido a seis horas.

**TABLA 10: RESULTADOS AGRUPADOS DE GRADO DE DESACETILACIÓN DE (Q-4H) Y (Q-6H).**

	No.	$Q - 4H$	$Q - 6H$
Quitosano 1	1	84.54%	97.23%
	2	84.61%	96.96%
	3	83.70%	98.04%
Quitosano 2	4	84.07%	97.54%
	5	83.97%	98.04%
	6	84.71%	97.81%
	$\bar{X}$	84.26%	97.60%

En la tabla 10 se agrupan los resultados obtenidos de grado de desacetilación obtenidos con el quitosano (Q-4H) y (Q-6H), datos presentados en las tablas 6 y 7 respectivamente, obteniéndose la media aritmética de los 6 resultados con cada quitosano, con el fin de comparar los 2 quitosanos(Q-4H) y (Q-6H) como muestras independientes.

Las fórmulas a utilizar son las siguientes (2):

$$t_{n_1+n_2-2} = \frac{(\bar{X}_1 - \bar{X}_2)}{\sqrt{S_p^2 \left( \frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} \qquad S_p^2 = n \frac{(n_1-1)S_1^2 + (n_2-1)S_2^2}{n_1+n_2-2}$$

Donde:

$S_p^2$  = Varianza combinada de los dos grupos

$\bar{X}_1$  = media muestral en la población 1

$S_1^2$  = Varianza muestral en la población 1

$n_1$  = tamaño de muestra de la población 1

$\bar{X}_2$  = media muestral en la población 2

$S_2^2$  = varianza muestral en la población 2

$n_2$  = tamaño de la muestra de la población 2

$$\bar{X}_1 = 84.26$$

$$\bar{X}_2 = 97.60$$

$$S_1^2 = 0.1673$$

$$S_2^2 = 0.1962$$

$$n_1 = 6$$

$$n_2 = 6$$

$$S_p^2 = \frac{(6-1)0.1673 + (6-1)0.1962}{6+6-2}$$

$$S_p^2 = 0.18325$$

$$t_{6+6-2} = \frac{(84.26 - 97.60)}{\sqrt{0.18325 \left( \frac{1}{6} + \frac{1}{6} \right)}}$$

$$t_{10} = -53.97$$

$$t_{tablas} = 2.2281$$

Si se selecciona un nivel de significación de 0.05 con 10 grados de libertad  $[(n_1+n_2) - 2]$ , en la tabla de distribución t se encuentra el valor de 2.2281<sup>(2)</sup> y la regla de decisión puede expresarse de la forma siguiente:

Rechazar  $H_0$  si  $t_{10} > + 2.2281$

ó  $t_{10} < - 2.2281$

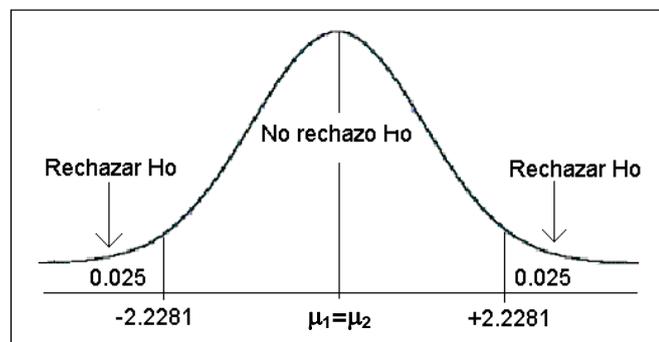


Figura No 34: Prueba de dos colas con nivel de significación de 0.05 y dos grados de libertad.

Puesto que  $-2.2281 > -53.97 < +2.2281$ , se rechaza la hipótesis nula.

De lo anterior se concluye que sí existe diferencia significativa entre el grado de desacetilación del quitosano obtenido a 4 horas con el obtenido a 6 horas.

## 5.5 DETERMINACIÓN DE LA INFLUENCIA DEL GRADO DE DESACETILACIÓN EN LA REMOCIÓN DE PLOMO.

En este procedimiento se realizan tres réplicas con cada una de las muestras de quitosano desacetilado: 2 de 4 horas (Q1-4H, Q2-4H) y 2 de 6 horas (Q1-6H, Q2-6H).

Primero se verificó la concentración inicial de la solución de plomo de 20 ppm por Espectrofotometría de Absorción Atómica; de igual manera se determinó la concentración final en una porción de dicha solución luego de haber sido tratada con los quitosanos desacetilados. (Ver anexo 1)

**TABLA 11: RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE PLOMO CON QUITOSANO DE 4 HORAS.**

Concentración inicial de la solución de trabajo ( $C_i$ ) = 16.83mg / L Pb					
Quitosano	%NH <sub>2</sub>	<i>n</i>	<i>C<sub>f</sub></i> (mg / L)	<i>C<sub>i</sub></i> - <i>C<sub>f</sub></i> (mg / L)	%Pb.adsorbido
Q1-4H	84.28	1	4.45	12.38	73.56
		2	5.35	11.48	68.21
		3	4.75	12.08	71.78
Q2-4H	84.25	1	5.25	11.58	68.81
		2	7.72	9.11	54.13
		3	5.54	11.29	67.08
	$\bar{X} = 84.27\%$			$\bar{X} = 11.32$	$\bar{X} = 67.26\%$

En donde la varianza muestral en la población 1 es  $S_1^2 = 47.17$

**TABLA 12: RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE PLOMO CON QUITOSANO DE 6 HORAS.**

Concentración inicial de la solución de trabajo ( $C_i$ ) = 16.83mg / L					
Quitosano	%NH <sub>2</sub>	n	Cf (mg / L)	Ci - Cf (mg / L)	%Pb. adsorbido
Q1-6H	97.40	1	3.66	13.17	78.25
		2	4.35	12.48	74.15
		3	4.75	12.08	71.78
Q2-6H	97.80	1	2.97	13.86	82.35
		2	3.06	13.77	81.82
		3	3.26	13.38	80.63
	$\bar{X} = 97.60\%$			$\bar{X} = 13.12$	$\bar{X} = 78.16\%$

En donde la varianza muestral en la población 1 es  $S_2^2 = 18.77$

En las tablas 11 y 12 se puede observar que los porcentajes de retención de plomo en las muestras varían de un 54.13 % con el quitosano obtenido a 4 horas a un 82.35% con el quitosano obtenido a 6 horas.

## 5.6 COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS DE REMOCIÓN DE PLOMO.

### 5.6.1 COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS DE QUITOSANO OBTENIDO A 4 HORAS CON EL QUITOSANO OBTENIDO A 6 HORAS DE REACCIÓN.

Para dicho análisis se realizó la prueba para la diferencia de medias de dos poblaciones independientes.

Las hipótesis que se plantean para este análisis son las siguientes:

**H<sub>0</sub>:** No existe diferencia significativa en los resultados de remoción de plomo entre el quitosano de cuatro horas y el quitosano de seis horas de reacción.

**H1:** Existe diferencia significativa en los resultados de remoción de plomo entre el quitosano de cuatro horas y el quitosano de seis horas de reacción.

CÁLCULOS: (ver tablas 11 y 12)

Los cálculos para determinar los valores críticos y por lo tanto aceptar o rechazar la hipótesis nula, son similares a los que se realizaron en la sección 5.3.3, por lo que a continuación se reportan los valores de la varianza combinada de los dos grupos,  $t$  observada para 10 grados de libertad y  $t$  de tablas (2).

$$S_p^2 = 32.97 \qquad t_{10} = -3.26 \qquad t_{tablas} = \pm 2.2281$$

Por lo tanto los valores críticos para este caso son: -2.2281 y +2.2281 y la regla de decisión es:

Rechazar  $H_0$  si:  $t_{10} > +2.2281$

ó  $t_{10} < -2.2281$

Puesto que el valor calculado de  $t$  es menor que el valor  $t$  de tablas, se rechaza la hipótesis nula, por lo que existe diferencia significativa en la remoción de plomo con el quitosano de 4 horas y el quitosano de 6 horas de reacción.

De lo anterior, si se observan las tablas 11 y 12, se puede concluir que el grado de desacetilación del quitosano influye en la remoción de plomo presente en agua, de manera que, entre más desacetilado está el quitosano, mayor es la adsorción de plomo.

### 5.7 ENSAYO CON QUITOSANO DE SEIS HORAS PARA REMOVER MAYOR CANTIDAD DE PLOMO.

En los resultados de la tabla 12 se observa que el quitosano 2 obtenido a seis horas ( $\%NH_2= 97.80 \%$ ) es el que presentó mayor remoción de plomo, por lo que se realizaron ensayos variando el peso del quitosano y manteniendo constante la concentración de la solución de trabajo a 20 ppm de plomo, con el objetivo de eliminar más del 90% de la concentración inicial.

A continuación se presentan los resultados obtenidos:

**TABLA 13: RESULTADOS DE REMOCION DE PLOMO AL VARIAR EL PESO DE QUITOSANO.**

Peso mx(g)	Ci (ppm)	Cf (ppm)	mg Pb adsorbido	% Pb adsorbido
0.12	19.0	3.8	15.2	80.0
0.14	19.0	2.0	17.0	89.47
0.16	19.0	1.5	17.5	92.10
0.30	19.2	0.3	18.9	98.44

En la gráfica siguiente se muestra la tendencia de los resultados:

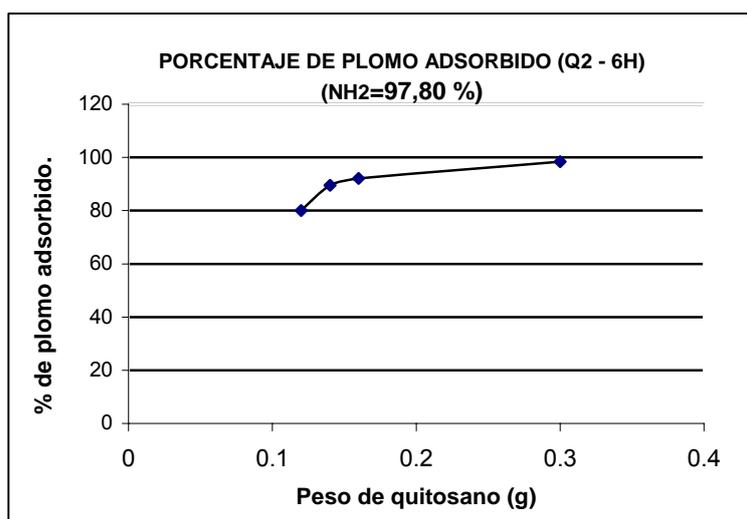


Figura No 34: Porcentaje de plomo adsorbido por quitosano 2 de 6 horas (Q2-6H).

En la figura 34 se observa que el porcentaje de plomo adsorbido por el quitosano es mayor al aumentar el peso de éste, además de que 0.30g de quitosano con grado de desacetilación de 97.80%, son necesarios para eliminar el 98.44% de la cantidad inicial de 200 mL la solución de concentración de 20 ppm de plomo, y que a su vez el agua se encuentra dentro de los límites de plomo permisibles por la Norma Salvadoreña NSO13.07.03:02 para Aguas Residuales Descargadas a un Cuerpo Receptor.

Es conocido que la adsorción de iones Pb (II) de la solución acuosa es debida a las interacciones entre los iones en solución y los grupos funcionales (aminas), presentes en el biopolímero. (1)

## **VI. CONCLUSIONES**

## 6.0 CONCLUSIONES.

- 6.1 Con base a los resultados obtenidos en la determinación del grado de desacetilación, se comprobó que en la obtención del quitosano, al variar el tiempo de reacción entre 4 y 6 horas existe diferencia significativa entre ambas muestras, obteniéndose un mayor grado de desacetilación en el de seis horas, lo que indica que a medida aumenta el tiempo de reacción, también aumenta el grado de desacetilación.
- 6.2 Con el estudio realizado, se comprobó que el quitosano es capaz de retener plomo en solución y que, a mayor grado de desacetilación es mayor la capacidad que tiene de remover dicho metal, debido a las interacciones electrostáticas generadas entre los iones en solución y los grupos funcionales (aminas) presentes en la cadena polimérica del quitosano.<sup>(1)</sup>
- 6.3 Según los resultados obtenidos, 0.30g de quitosano (97.8% de desacetilación) es capaz de retener aproximadamente un 98% de plomo de 200 mL de una solución con una concentración de 20 ppm de Pb (II).

- 6.4 El quitosano puede emplearse como materia prima para el tratamiento de aguas no potables que contengan plomo y que sobrepasan el límite permisible, debido a su alta capacidad de retención , contribuyendo así a disminuir su concentración en los cuerpos receptores, evitando los efectos acumulativos en los seres vivos.
- 6.5 Los resultados obtenidos en la remoción de plomo con cada una de las muestras de quitosano, son menores a los establecidos por la Norma Salvadoreña NSO13.07.03:02 para aguas residuales descargadas a un cuerpo receptor (ver anexo 1 y 12).

## **VII. RECOMENDACIONES**

## 7.0 RECOMENDACIONES.

- 7.1 Para un estudio posterior modificar otras condiciones en la reacción de obtención del quitosano (temperatura, tamaño de partículas, agitación, concentración y cantidad de álcali) y probar si se obtiene mayor grado de desacetilación.
- 7.2 Que el sector productivo promueva la obtención de quitosano a partir de desechos de crustáceos, aumentando así el valor de los recursos naturales existentes en el país y contribuir con el equilibrio del medio ambiente; además de facilitar la adquisición del mismo a las empresas interesadas en la utilización de este adsorbente.
- 7.3 Promover en las industrias la utilización de quitosano como tratamiento previo de las aguas residuales que contengan plomo, con el fin de que la descarga no sobrepase los límites establecidos por la normativa salvadoreña para aguas residuales descargadas a un cuerpo receptor.
- 7.4 Que el quitosano que las industrias utilicen en el tratamiento debe tener un alto grado de desacetilación, con el fin de remover mayor cantidad de plomo y disminuir los costos, ya que si se encuentra más desacetilado, se necesita menor cantidad para obtener buenos resultados.

- 7.5 Realizar ensayos con mayor cantidad de quitosano para probar si se elimina el 100% de plomo del agua.
- 7.6 Realizar el tratamiento de remoción de plomo con aguas de desecho que contengan plomo y confrontar los resultados obtenidos en esta investigación.

## **BIBLIOGRAFÍA**

## BIBLIOGRAFÍA

1. Achircano, D. Biosorción de metales pesados de efluentes mineros de un drenaje ácido de roca, utilizando quitosano como adsorbente. Proyecto metalurgia. Disponible en:  
<http://www.invdes.com.mx/forma01.cfm?id=328&publicant=Ago+2003>
2. Berenson, M. y otros. 1992, Estadística Básica en Administración. 4ª edición, México. Prentice-Hall Hispanoamérica S.A. Pág. 400-412 y 873.
3. Canella, R. y otros 2001. Caracterización de quitosano por Cromatografía de Permeación en Gel. Influencia del método y el solvente. Quím. Nova, Vol. 24, No. 1
4. Crespín, G. y otros. 2004. Caracterización de quitosano por Viscosimetría Capilar y Valoración Potenciométrica. Revista Iberoamericana de Polímeros, Vol. 5 (24) disponible en:  
<http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/MARO4/parada2004>.
5. Crespín, G. 2002 Caracterización de quitina y quitosano obtenidos a partir de exoesqueleto de camarón. Trabajo de graduación. Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, Universidad de El Salvador.

6. Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, Secretaría de la Salud 2004. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. 8ª edición, Vol. I, México.
  
7. Esquivel, O. 1998. Investigación Aplicada sobre el Impacto Ambiental de la Contaminación del Agua, parte II. Monitoreo de Recursos Hídricos en Cuenca de Ríos Sucio y Acelhuate.  
Disponible en: <http://www.uca.edu.sv/investigacion/fiaes/fiaes2.html>
  
8. Flores, J. y otros. 2005. Adsorción de Cu (II) por quitosano en polvo y perlas de gel. Revista Soc. Química, Perú. Vol. 71, No.1.
  
9. <http://www.lentech.com./espanol/tablaeiodica/Pb.htm>.  
Plomo (Pb). Propiedades químicas y efectos sobre la salud y el medio ambiente.
  
10. Kenneth. A. 1997. A Text book of Pharmaceutical Analysis. John Wiley & Sons. Inc. pág. 117-121.
  
11. Kirk, E. 1963. Enciclopedia de Tecnología Química 1ª edición. Editorial Hispanoamericana, México. Tomo 13, Pág. 423-431.

12. Lárez, C. 2003. Algunos usos del quitosano en sistemas acuosos. Revista Iberoamericana de Polímeros, Vol. 4(2). Disponible en:  
<http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/ABRO3/cristobal2003.pdf#search=quitosano>
13. Miller. 1988. Estadística para Química Analítica. 2ª Edición. Editorial Addison-Wesley Iberoamericana Estados Unidos. Pág. 40-44
14. Minamisawa, M. y otros. 2004. Adsorption Behavior of Heavy Metals on Biomaterials. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Vol. 52, No. 18.
15. Muzzarelli, R. Chitin Handbook, European Chitin Society.
16. Polío, M. y otros. 2003 Estudio del efecto floculante del quitosano y sulfato de aluminio en el tratamiento de aguas residuales de la Industria Farmacéutica y Láctea. Trabajo de graduación. Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
17. Tamveer, A. y otros, 2002. Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan; the influence of analytical methods. J. Pharm Pharmaceut Sci5(3)
18. Valdés, B. Enfermedades. Disponible en:  
<http://www.esmas.com/salud/enfermedades/ambientales334885.html>.

**ANEXOS**

## ANEXO 1

### CERTIFICADO DE ANÁLISIS. REMOCIÓN DE PLOMO I



FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS



### INFORME DE ANÁLISIS AGUAS NATURALES

INFORME No.:119

CÓDIGO DE MUESTRA: EC-1394 a 1406

FECHA DE RECEPCIÓN: 25/05/2006  
 FECHA DE ANÁLISIS: 25/05/2006  
 FECHA DE EMISIÓN: 26/05/2006  
 NOMBRE DEL CLIENTE: DINA RAQUEL Y ANABEL ALAS  
 DIRECCIÓN DEL CLIENTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

TIPO DE MUESTRA: Agua para lecturas

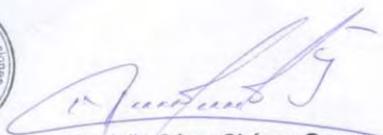
PUNTO DE MUESTREO: ---  
 MÉTODO DE MUESTREO: ---  
 FECHA/HORA DE MUESTREO: ---

IDENTIFICACIÓN DE MUESTRA	CODIGO DE MUESTRAS	LECTURAS DE		METODO DE ANÁLISIS
		ABSORBANCIA	PLOMO CONCENTRACIÓN mg/L	
SPB 20	EC-1394	0.170	16.83	ESPECTRO FOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA
Q1-4H1	EC-1395	0.045	4.45	
Q1-4H2	EC-1396	0.054	5.35	
Q1-4H3	EC-1397	0.048	4.75	
Q2-4H1	EC-1398	0.053	5.25	
Q2-4H2	EC-1399	0.078	7.72	
Q2-4H3	EC-1400	0.056	5.54	
Q1-6H1	EC-1401	0.037	3.66	
Q1-6H2	EC-1402	0.044	4.35	
Q1-6H3	EC-1403	0.048	4.75	
Q2-6H1	EC-1404	0.030	2.97	
Q2-6H2	EC-1405	0.031	3.06	
Q2-6H3	EC-1406	0.033	3.26	

**NOTA ACLARATORIA:** El resultado del análisis corresponde a la muestra entregada por el cliente a este laboratorio. Cuando el cliente ejecuta el muestreo, el Laboratorio no garantiza la representatividad de la muestra. Es política del Laboratorio no autorizar, reproducir, ni entregar partes de este informe.

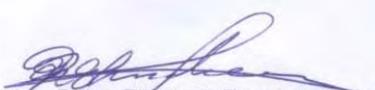
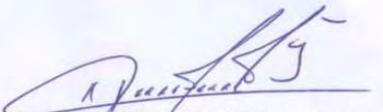
  
 Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz  
 COORDINADORA LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS



  
 Lic. Julio César Chávez Guerra  
 TÉCNICO ANALISTA

## ANEXO 2

### CERTIFICADO DE ANÁLISIS. REMOCIÓN DE PLOMO II

 <p><b>PRO CAFE</b> FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL C A F E</p>	<p><b>FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ</b> <b>LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS</b></p> <p><b>INFORME DE ANÁLISIS AGUAS NATURALES</b></p>	 <p><b>LSA</b> Laboratorio de Servicios Analíticos <b>PRO CAFE</b></p>		
<p><b>INFORME No.: 122</b></p>		<p><b>CÓDIGO DE MUESTRA: EC-1410 a 1413</b></p>		
<p>FECHA DE RECEPCIÓN: 09/06/2006          FECHA DE ANÁLISIS: 09/06/2006          FECHA DE EMISIÓN: 10/06/2006          NOMBRE DEL CLIENTE: DINA RAQUEL Y ANABEL ALAS          DIRECCIÓN DEL CLIENTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</p>				
<p>TIPO DE MUESTRA: AGUA PARA LECTURAS</p>				
<p>PUNTO DE MUESTREO:          MÉTODO DE MUESTREO: ---          FECHA/HORA DE MUESTREO:</p>				
IDENTIFICACIÓN	CODIGO DE	LECTURAS	DE PLOMO	METODO
DE MUESTRA	MUESTRAS	UNIDADES DE ABSORBANCIA	CONCENTRACION mg/L	DE ANÁLISIS
BLANCO		0.000	0.00	ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMOCA
ESTANDAR 5 mg/L		0.049	5.00	
ESTANDAR 10 mg/L		0.097	10.00	
ESTANDAR 20 mg/L		0.190	20.00	
S Pb 20	EC-1410	0.190	19.00	
Q2-6H 0.12	EC-1411	0.037	3.80	
Q2-6H 0.14	EC-1412	0.020	2.00	
Q2 6H 0.16	EC-1413	0.015	1.50	
<p><b>NOTA ACLARATORIA:</b> El resultado del análisis corresponde a la muestra entregada por el cliente a este laboratorio. Cuando el cliente ejecuta el muestreo, el Laboratorio no garantiza la representatividad de la muestra. Es política del Laboratorio no autorizar, reproducir, ni entregar partes de este informe.</p>				
 Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz COORDINADORA LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS			 Lic. Julio César Chávez Guerra TÉCNICO ANALISTA	
<p>Final Avenida Manuel Gallardo, Frente a Residencial Monte Sión, Nueva San Salvador,          Apartado Postal No.23, El Salvador, PBX: 288-3088, FAX: 228-0669  <a href="http://www.procafe.com.sv">http://www.procafe.com.sv</a></p>				

### ANEXO 3

## CERTIFICADO DE ANÁLISIS. REMOCIÓN DE PLOMO III



FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS



### INFORME DE ANÁLISIS AGUAS NATURALES

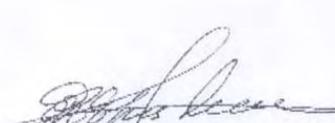
INFORME No.:139

CÓDIGO DE MUESTRA: EC-1589-1590

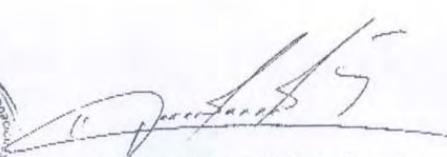
FECHA DE RECEPCIÓN: 29/06/2006  
 FECHA DE ANÁLISIS: 29/05/2006  
 FECHA DE EMISIÓN: 30/05/2006  
 NOMBRE DEL CLIENTE: DINA RAQUEL Y ANABEL ALAS  
 DIRECCIÓN DEL CLIENTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
 TIPO DE MUESTRA: Agua para lecturas  
 PUNTO DE MUESTREO:  
 MÉTODO DE MUESTREO: ---  
 FECHA/HORA DE MUESTREO:

IDENTIFICACIÓN DE MUESTRA	CODIGO DE MUESTRAS	LECTURAS DE ABSORBANCIA	PLOMO CONCENTRACIÓN mg/L	METODO DE ANALISIS
Estándar Blanco		0.0	0.0	ESPECTRO FOTOMETRIA DE ABSORCIÓN ATOMICA
Estándar de 5 ppm		0.052	5.0	
Estándar de 10 ppm		0.101	10.0	
Estándar de 20 ppm		0.194	20.0	
Solución 20ppm	EC-1589	0.182	19.2	
Q2-6H 0.30	EC-1590	0.005	0.3	

NOTA ACLARATORIA: El resultado del análisis corresponde a la muestra entregada por el cliente a este laboratorio. Cuando el cliente ejecuta el muestreo, el Laboratorio no garantiza la representatividad de la muestra. Es política del Laboratorio no autorizar, reproducir, ni entregar partes de este informe.

  
 Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz  
 COORDINADORA LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS



  
 Lic. Julio César Chávez Guerra  
 TÉCNICO ANALISTA

## ANEXO 4



Figura No. 35: pHmetro Termo Orión modelo 420 A+

## ANEXO 5



Figura No. 36: Hot Plate con agitador magnético Corning modelo PC-320

## ANEXO 6



Figura No.37 espectrofotómetro de Absorción atómica Perkin Elmer 3110

## ANEXO 7

### CUANTIFICACIÓN DE PLOMO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

#### Materiales:

- Gas acetileno
- Compresor de aire, el cual debe ser purgado una vez por semana y tiene un filtro en el sistema para remover agua, aceite o cualquier otro tipo de impureza.
- Soluciones estándar de trabajo: preparar estándares de 20, 10, 5 ppm.
- Blanco: Agua destilada.

#### PROCEDIMIENTO:

1. Optimizar el instrumento de acuerdo al manual de operaciones del mismo, tomando en cuenta todas las medidas de seguridad especificadas por el fabricante del equipo.
2. Verificar la sensibilidad y estabilidad de la señal, utilizando el estándar mas alto y el mas bajo preparados para la curva de calibración.
3. Proceder a llevar a cero de absorbancia el equipo para luego realizar la curva de calibración.
4. Aspirar las muestras y determinar la concentración. La concentración de plomo en mg/L es leída directamente por el equipo.  
(Metodología utilizada por Laboratorio de Servicios Analíticos PROCAFE).

## ANEXO 8

### RECURSOS MATERIALES.

#### MATERIA PRIMA.

Quitina.

#### REACTIVOS:

Hidróxido de sodio 50%

Ácido Clorhídrico 0.3M Titrisol.

Ácido Clorhídrico 0.1M Titrisol.

Hidróxido de sodio 0.1M SV.

Fenolftaleína SI.

Rojo de metilo SI.

Solución estándar de trabajo de plomo a 20 ppm.

Agua destilada.

#### CRISTALERIA:

Beakers

Probetas

Erlenmeyer

Pipetas volumétricas

Bureta

Balones volumétricos

Embudos

Balón de dos bocas

Refrigerantes

#### EQUIPOS:

Balanza analítica marca Sartorius, modelo A 2005

Balanza semi-analítica marca SHIMADZU, modelo ELB 300

Cámara extractora de gases.

Estufa marca Fischer, modelo 230G

Hot plate con agitador magnético marca Corning modelo PC-320 Refrigeradora

Hielera

pHmetro marca Thermo Orión modelo: 420 A+

Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer 3110

#### OTROS:

Espátulas

Pinza de extensión

Pinza de sostén

Pinza para bureta

Soportes

Mangueras

Papel filtro Whatman No 41

Termómetro

Tamiz

Papel parafilm

Papel glacin

Guantes

Mascarillas

**ANEXO 9**  
**PREPARACIÓN DE REACTIVOS (6)**

- **Ácido clorhídrico 0.1M Ampolla titrisol.**
- **Ácido clorhídrico 0.3M:** Se preparó 250 mL de solución a partir de ácido clorhídrico 1N Ampolla titrisol, de la siguiente manera: Con bureta medir 75 mL de ácido clorhídrico 1N titrisol y adicionar a un balón volumétrico de 250 mL, adicionar 100mL de agua destilada y agitar suavemente, aforar con agua destilada.
- **SI Fenolftaleína:**  
Disolver 1.0g de fenolftaleína en 100mL de alcohol.
- **SI rojo de metilo:**  
Disolver 100mg de rojo de metilo en 100mL de etanol y filtrar si es necesario.
- **Hidróxido de sodio 0.1M SV:** en un matraz volumétrico de 1000mL, disolver 4.2g de hidróxido de sodio en agua libre de dióxido de carbono. Llevar a volumen con el mismo solvente.  
Valorar la solución inmediatamente antes de su uso como se indica a continuación: titular 20mL de la solución con SV de ácido clorhídrico 0.1M usando fenolftaleína como indicador.  
Calcular la molaridad considerando que cada mL de ácido clorhídrico 0.1M es equivalente a 4.0mg de NaOH

CÁLCULOS:

Formulas a utilizar:

$$M_2 = \frac{M_1 \times V_1}{V_2}$$

y

$$FC = \frac{MR}{MT}$$

Donde:

$M_1$  = Molaridad del ácido clorhídrico 0.1 M

$M_2$  = Molaridad del hidróxido de sodio.

$V_1$  = Alícuota tomada de ácido clorhídrico 0.1M

$V_2$  = Volumen gastado de Solución de hidróxido de sodio.

$FC$  = Factor de corrección del hidróxido de sodio 0.1M

$MR$  = Molaridad real.

$MT$  = Molaridad teórica.

Datos:

$$V_1 = 10.0mL$$

Volumen gastado de hidróxido de sodio:

$$V_1 = 9.8mL$$

$$V_2 = 9.9mL$$

$$M = \frac{0.1 \times 10.0}{9.8} = 0.10204081632$$

$$\bar{X} = 0.101525M$$

$$M = \frac{0.1 \times 10.0}{9.9} = 0.10101010101$$

$$FC = \frac{0.101525M}{0.1M} = 1.01525$$

## ANEXO 10

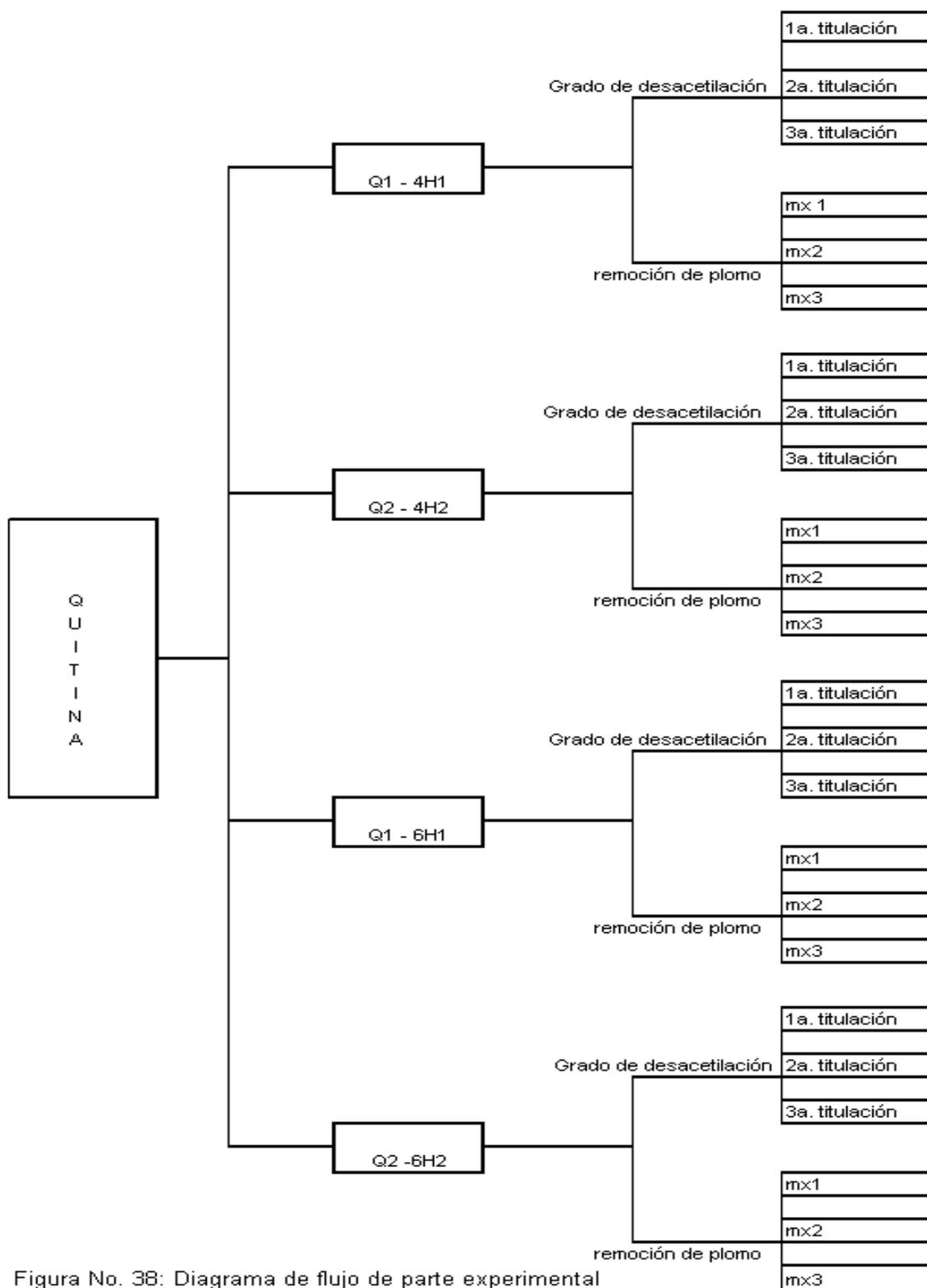


Figura No. 38: Diagrama de flujo de parte experimental

ANEXO 11



Figura 40: productos del quitosano de uso dietético y cosmético.

## ANEXO 12

TABLA No. 14: PARÁMETROS PERMISIBLES PARA AGUAS RESIDUALES  
DESCARGADAS A UN CUERPO RECEPTOR  
(NORMA SALVADOREÑA NSO13.07.03:02).

PARÁMETROS	UNIDADES	VALORES MÁXIMOS PERMISIBLES
Manganeso total (Mn)	mg/L	2
Materiales flotantes	mg/L	Ausente
Mercurio (Hg)	mg/L	0.01
Molibdeno (Mo)	mg/L	0.1
Níquel (Ni)	mg/L	0.2
Nitrógeno total (N)	mg/L	50
Organoclorados	mg/L	0.05
Organofosforados y carbamatos	mg/L	0.1
pH	unidades	5.5 – 9.02
Plata(Ag)	mg/L	0.2
<b>Plomo (Pb)</b>	<b>mg/L</b>	<b>0.2</b>
Selenio (Se)	mg/L	0.05
Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> )	mg/L	1000
Sustancias radiactivas	mg/L	0
temperatura	°C	20 – 35 °C
Turbidez (turbiedad)	NTU	-
Vanadio (V)	mg/L	1