

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades



Síntesis y caracterización de nanopartículas de carboximetilquitosano
extraído de residuo de camarón para su uso en tratamiento de
contaminantes en aguas: un enfoque circular sostenible

Trabajo de graduación en modalidad de tesis presentado por María Fernanda del
Cid Hernández para optar al grado académico de Licenciada en Química

Guatemala,

2024

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades



Síntesis y caracterización de nanopartículas de carboximetilquitosano
extraído de residuo de camarón para su uso en tratamiento de
contaminantes en aguas: un enfoque circular sostenible

Trabajo de graduación en modalidad de tesis presentado por María Fernanda del
Cid Hernández para optar al grado académico de Licenciada en Química

Guatemala,

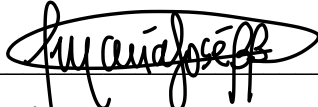
2024

Vo. Bo. :

(f) 
M. A. Irma Patricia Orellana Catalán
Asesor

Tribunal Examinador:

(f) 
M. A. Irma Patricia Orellana Catalán
Asesor

(f) 
Lic. María José Bran Bonilla

(f) 
Lic. Allan Rolando Vásquez Bolaños

Fecha de aprobación: Guatemala, 28 de noviembre de 2024

Agradecimientos

A mis padres y a mi hermana, por siempre haberme motivado y apoyado a seguir mis sueños, por siempre cuidarme y estar ahí para mí en cada momento difícil y en cada logro. Soy lo que he llegado a ser por ustedes y por cada sacrificio que han realizado por mí. No hay palabras suficientes para lo agradecida que estoy por tenerlos. Gracias por nunca dejarme caer aún en mis momentos más oscuros, porque incluso en esos momentos donde yo perdí la esperanza, ustedes jamás perdieron la esperanza en mí. Los quiero con toda mi alma.

A ASPIRE, por el apoyo en brindarme los recursos necesarios para poder desarrollar este trabajo de la mejor forma posible, por creer en jóvenes como yo y el aporte que podemos brindar a Guatemala por medio de la ciencia.

A la Dra. Pamela Pennington, por confiar en mí y mi capacidad desde el primer día, por guiarme y brindarme siempre su apoyo para lograr todas las ideas que volaban en mi cabeza.

A la Dra. Raquel Galián, por su paciencia, por todo su conocimiento y su acompañamiento durante mi estadía en Valencia, por todo el esfuerzo realizado para permitirme trabajar junto a ella en el Instituto de Ciencia Molecular. También a mis compañeros en el laboratorio, en especial a Rita, Nacho, Anna, Alessandro, Irene, Alejandro y Miguel; por hacer mi estadía la más amena y por todos los consejos dados en mis momentos de frustración.

A Allan Vásquez e Irma Orellana, por su apoyo a lo largo de todo el proyecto, por siempre defenderme y confiar en mí para poder llevarlo a cabo. Muchas gracias por su asesoría y sus consejos, y no solo en la realización de este proyecto; sino que también desde mis primeros años en la carrera hasta en las oportunidades que me han seguido al terminarla.

A Alex, quien ha sido uno de mis mayores apoyos en cada momento desde el inicio de este trabajo. Porque incluso a la distancia, ha estado en mis momentos de alegría, frustración y enojo, sin nunca irse de mi lado; gracias por la amistad que me has brindado. Hasta el esfuerzo de visitarme durante mi estadía en Valencia fue un pilar de motivación para poder continuar mi trabajo. Te mando mis mejores deseos hasta Rumania.

A Jolu, por acompañarme durante toda la carrera e incluso después de ella. Por todos tus consejos, tus locas ideas y enseñanzas; por hacer este tiempo una alegría, con todo y el cansancio.

A Juanca, porque me has dado el apoyo que necesité en las etapas finales de la realización de este trabajo. Agradezco el amor que me has dado sin condición en este tiempo, y la motivación que me brindaste para creer en mí y en lo que puedo lograr cuando he dudado. Me empujaste a crecer cuando me quedé estancada, cuando me sentí perdida y cuando tuve miedo; gracias por ser mi compañero en este trayecto del camino.

Índice

Lista de figuras	iii
Lista de cuadros	v
Resumen	vi
Abstract.....	vii
I. Introducción	1
II. Objetivos.....	3
III. Justificación	4
IV. Marco contextual.....	5
A. Sobre la Agencia de EE.UU. para el Desarrollo Internacional (USAID)	5
B. Sobre Alianzas Sostenibles para la Innovación, Investigación y Emprendimiento (Aspire)	5
C. Sobre la Universidad de Valencia (UV).....	5
V. Marco teórico.....	7
A. La industria camaronera	7
a. El papel del camarón en la industria	7
b. Características de la especie <i>Litopenaeus vannamei</i>	7
c. Problemática de los desechos generados por la industria.....	8
B. La situación del agua	9
a. La situación del agua en Guatemala.....	9
b. Agentes contaminantes de principal interés.....	10
C. Quitosano.....	11
a. Propiedades físicas y químicas del quitosano	12
i. Solubilidad	12
ii. Viscosidad.....	12
iii. Química del quitosano	12
iv. Derivados del quitosano.....	12

iii. Carboximetilquitosano: características y propiedades	13
D. El camarón como fuente de quitina para producción de quitosano	14
a. Obtención de quitosano a partir de cáscaras de camarón.....	15
E. Nanotecnología	17
a. Nanotecnología para tratamiento de aguas.....	17
b. Nanopartículas magnéticas para tratamiento de aguas.....	18
i. Nanopartículas magnéticas a base de quitosano.....	18
ii. Nanopartículas magnéticas a base de carboximetilquitosano.....	20
VI. Metodología	22
D. Preguntas de investigación.....	22
E. Hipótesis.....	22
F. Variables	22
G. Materiales.....	23
a. Cristalería.....	23
b. Reactivos.....	23
c. Equipos	24
H. Método experimental.....	24
a. Preparación previa de las cáscaras de camarón.....	24
b. Desproteínización	25
c. Desmineralización	25
d. Decoloración.....	25
e. Desacetilación.....	25
f. Caracterización de quitosano	26
i. Determinación del grado de desacetilación por análisis de IR	26
ii. Rendimiento de reacción	27
g. Carboximetilación.....	27

h.	Caracterización de carboximetilación	27
i.	Determinación de carboximetilación por análisis de IR	27
ii.	Determinación de conversión de carboximetilación por RMN.....	28
iii.	Rendimiento de reacción	28
i.	Preparación de nanopartículas de carboximetilquitosano y magnetita.....	28
j.	Caracterización de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ y Fe ₃ O ₄	29
i.	Rendimiento de reacción	29
ii.	Caracterización morfológica y fisicoquímica	29
VII.	Resultados	30
A.	Resultados de proceso de extracción de quitosano.....	30
B.	Resultados de síntesis de carboximetilquitosano	32
C.	Resultados de síntesis de nanopartículas magnéticas.....	34
VIII.	Discusión de resultados	45
IX.	Conclusiones	51
X.	Recomendaciones	52
XI.	Anexos.....	53
XII.	Referencias.....	55

Lista de figuras

Figura 1. Morfología externa de camarón de la especie <i>Litopenaeus vannamei</i>	8
Figura 2. Estructura química del quitosano	11
Figura 3. Estructura química de la quitina	11
Figura 4. Estructura química simplificada del carboximetilquitosano.....	13
Figura 5. Derivados de carboximetilquitosano	13
Figura 6. Reacción de carboximetilación de quitosano	14
Figura 7. Reacción de desacetilación de quitina para conversión a quitosano	17
Figura 8. Mecanismo propuesto para adsorción de nanopartículas de quitosano	18
Figura 9. Propuesta de interacción entre las cadenas de biopolímero con magnetita	20
Figura 10. Espectro infrarrojo de quitina obtenida por procedimiento de Contreras en comparación con producto obtenido de procedimiento de producción de quitosano de mismo procedimiento	30
Figura 11. Espectro infrarrojo (IR) de quitosano obtenido por procedimiento modificado de tratamiento térmico....	31
Figura 12. Espectro infrarrojo (IR) de carboximetilquitosano.....	33
Figura 13. Espectro RMN de carboximetilquitosano.....	34
Figura 14. Imagen TEM obtenida de Fe ₃ O ₄	35
Figura 15. Imagen TEM obtenida de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ sintetizadas en prueba 1	35
Figura 16. Imagen TEM obtenida de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ sintetizadas en prueba 2	36
Figura 17. Imagen TEM obtenida de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ sintetizadas en prueba 3	37
Figura 18. Histogramas de la distribución de tamaño de partícula para cada tratamiento de síntesis de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	38

Figura 19. Espectro IR de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ obtenido	40
Figura 20. Espectros XPS obtenidos de la muestra de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	41
Figura 21. Difractogramas de rayos X (XRD) de Fe ₃ O ₄ y muestra de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	42
Figura 22. Curvas de histéresis para Fe ₃ O ₄ y muestra de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	42
Figura 23. Termogramas de análisis termogravimétrico (TGA) de Fe ₃ O ₄ y muestra de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	43
Figura 24. Productos obtenidos de la extracción de quitina y producción de quitosano de <i>camarón Litopennaeus vannamei</i>	53
Figura 25. Triplicado de medición realizada por espectroscopía de infrarrojo de quitosano sintetizado	53
Figura 26. Triplicado de medición realizada por espectroscopía de infrarrojo de carboximetilquitosano obtenido....	54
Figura 27. Magnetización en medio acuoso de nanopartículas de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ obtenido	54

Lista de cuadros

Cuadro 1. Descripción de variables de la experimentación	22
Cuadro 2. Pasos definidos para las pruebas de síntesis de nanopartículas magnéticas	28
Cuadro 3. Rendimiento final para pasos de extracción de quitina de cáscaras de camarón.....	30
Cuadro 4. Rendimiento de la extracción de quitosano obtenido de nuevo procedimiento de tratamiento térmico	31
Cuadro 5. Grado de desacetilación del quitosano obtenido	32
Cuadro 6. Rendimiento de la síntesis de carboximetilquitosano	32
Cuadro 7. Datos estadísticos del análisis de distribución normal para pruebas de síntesis de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	39
Cuadro 8. Rendimiento de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ obtenido de prueba 2	39
Cuadro 9. Datos de pérdida de peso obtenidos de TGA de Fe ₃ O ₄ y S-CMCNa@Fe ₃ O ₄	44

Resumen

En la presente investigación se desarrolló un proceso para la síntesis de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano, partiendo de quitosano extraído de cáscaras de camarón de la especie *Litopenaeus vannamei*. El objetivo fue determinar el comportamiento físicoquímico por medio de una caracterización instrumental exhaustiva de estas nanopartículas sintetizadas y evaluar su potencial como agentes adsorbentes para la descontaminación de aguas a partir de su estructura y modo de acción, sin llevar a cabo pruebas experimentales con los contaminantes respectivos. La metodología incluyó la extracción de quitosano de las cáscaras por medio de una técnica asistida por microondas basada en el proceso desarrollado por Contreras (2022), seguida de una caracterización espectroscópica por infrarrojo que reveló la necesidad de modificar el procedimiento de desacetilación para la obtención de quitosano. Tras la modificación a un tratamiento térmico, basado en los estudios de Novikov et al. (2023), se obtuvo la conversión exitosa a quitosano de alto grado de desacetilación.

Posteriormente, se llevó a cabo la carboximetilación del quitosano obtenido, obteniendo por primera vez carboximetilquitosano del tipo N,O-carboximetilquitosano de camarón de la especie de interés en este estudio, el cual fue utilizado para la síntesis de nanopartículas en combinación con magnetita (S-CMCNa@Fe₃O₄) por medio del método de coprecipitación brindado por Cuadra (2019). Se evaluaron tres formulaciones distintas de producción en cuanto a morfología y tamaño de partícula obtenido por cada una, utilizando microscopía electrónica de transmisión, lo cual permitió identificar la formulación más homogénea y estable. La formulación número 2 fue la seleccionada, mostrando la obtención de nanopartículas con morfología esférica y tamaño promedio de 12.39 nm, adecuadas para su caracterización según Akinsipo et al (2016).

Las nanopartículas de la formulación seleccionada se caracterizaron adicionalmente mediante espectroscopía de infrarrojo, espectroscopía de fotoelectrones XPS, difracción de rayos X, y análisis SQUID de magnetización, confirmando la formación de un nanocompuesto tipo *core-shell* de recubrimiento de carboximetilquitosano funcionalizado con magnetita, que cuenta con diversos sitios de enlaces en su estructura, principalmente enlaces del tipo -NH, -OH y C=O, con comportamiento paramagnético y estabilidad térmica alta, que destacan su potencial para actuar como un adsorbente de diversos contaminantes en entornos acuáticos. Los hallazgos obtenidos por medio de esta caracterización demuestran que es factible producir nanocompuestos a partir de residuos de camarón, aportando valor a estos desechos y contribuyendo a un ciclo de producción sostenible.

Este estudio concluye que las nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano desarrolladas pueden representar una buena alternativa poco invasiva de adsorción de contaminantes, y se puede deducir que cuentan con alto potencial para la limpieza de estos en aguas, principalmente útiles como adsorbentes para contaminantes catiónicos, como metales pesados y tintes orgánicos de este tipo, posicionando a estos nanocompuestos como un material prometedor en el campo de la remediación ambiental.

Palabras clave: nanotecnología, *Litopenaeus vannamei*, contaminación del agua, nanopartículas magnéticas

Abstract

In the present study, a process for the synthesis of magnetic carboxymethyl chitosan nanoparticles was developed, using as a starting material chitosan extracted from shrimp shells, from the species *Litopenaeus vannamei*. The physiochemical behavior of these nanoparticles was determined, through an exhaustive instrumental characterization, to evaluate their potential as novel adsorbents for water decontamination, based in their structure and mode of action, without carrying out experimental tests with the respective contaminants. The methodology used in the process included the extraction of chitosan from the shells using a microwave-assisted technique based on the process developed by Contreras (2022), followed by infrared spectroscopy characterization, which showed the need to modify the procedure from the deacetylation step to obtain chitosan. The process was modified following the studies of Novikov, et al. (2023) and successful conversion to chitosan with a high degree of deacetylation was achieved.

By the carboxymethylation of the obtained chitosan, N,O-carboxymethyl chitosan was obtained from the shells of the species from the study, being the first time to be reported in literature. This material was used for the synthesis of nanoparticles combined with magnetite (S-CMCNa@Fe₃O₄), through a coprecipitation method explained by Cuadra (2019). Three different formulations were evaluated, according to their morphology and particle size, using transmission electron microscopy, to identify the most stable and homogeneous formulation. From this, formulation #2 was selected from which nanoparticles of spherical morphology with an average size of 12.39 nm were obtained, suitable for characterization according to Akinsipo et al. (2016).

The nanoparticles obtained were further characterized by infrared spectroscopy, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), X-ray diffraction and SQUID magnetization; this confirmed the formation of a core-shell type nanocomposite consisting of a carboxymethyl chitosan coating, functionalized with magnetite. It presents multiple binding sites within its structure, mainly -NH, -OH, and C=O functional groups, exhibits paramagnetic behavior and has high thermal stability, highlighting its potential to act as an adsorbent for various types of contaminants in aquatic environments. These findings demonstrate that it's feasible to produce functionalized nanocomposites from shrimp waste and use them in bioremediation, adding value to the residues and contributing to a sustainable production cycle.

This study concludes that the developed magnetic carboxymethyl chitosan nanoparticles can represent a good, minimally invasive alternative for contaminant adsorption, and by their structure elucidation it can be inferred that they can have high potential to work in water purification efforts. They are particularly useful as adsorbents for cationic contaminants, such as heavy metals and certain types of organic dyes, positioning these composites as a promising material in the field of environmental remediation.

Keywords: *nanotechnology, water pollution, magnetic nanoparticles, Litopenaeus vanameii*

I. Introducción

El problema de la contaminación de agua es uno de los mayores retos en el siglo actual alrededor del mundo, siendo el agua uno de los recursos vitales para el sustento de la vida en nuestro planeta, su contaminación afecta la salud humana hasta el equilibrio de los ecosistemas; por ello la contaminación de fuentes de agua por contaminantes como metales pesados o compuestos orgánicos ha generado uno de los desafíos más significativos para el manejo de recursos hídricos (Sauvé y Desrosiers, 2014); un desafío en el cual Guatemala no queda atrás. Para el 2017, 95% de los recursos hídricos del país se encontraban en un estado de contaminación crítico (Pérez, 2017); sin embargo, las opciones para tratamiento de agua actuales no dan abasto al problema, siendo algunas muy costosas o complejas para ser implementadas en cada región del país, por lo que ha surgido la necesidad de buscar alternativas que puedan adecuarse para enfrentar el desafío y asegurar el acceso a agua limpia a todas las comunidades.

En este contexto, la nanotecnología surge como una nueva herramienta para ayuda en el tratamiento de aguas, abriendo oportunidades para el desarrollo de soluciones sostenibles y eficaces. Característicos por su razón volumen-área superficial, han demostrado ser excepcionales en la remoción de contaminantes y han mostrado un comportamiento útil en el área de la purificación de agua y la remediación ambiental en general (Mishra y Clark, 2013). Adicionalmente, la integración de biomasa como materia prima, con la inclusión del quitosano en el caso de la presente investigación, para la producción de estas tecnologías, ofrece la oportunidad de aprovechar un recurso económico y abundante dándole un uso. A nivel local, los desechos de la industria camaronera en Guatemala representan una fuente de residuo significativa que actualmente es considerada un desecho más, pero ofrece una oportunidad única para la producción circular de una materia prima versátil y prometedora como lo es el quitosano y sus derivados, como el carboximetilquitosano. Esta investigación presenta una forma de integrar este recurso con una tecnología prometedora como nanotecnología para evaluar la viabilidad de producir nanopartículas con desecho de camarón como materia prima y analizar su comportamiento para conocer cómo podría actuar como adsorbente para su uso en purificación de cuerpos de agua.

El objetivo central de esta investigación es llevar a cabo la síntesis y caracterización de nanocompuestos magnéticos de carboximetilquitosano, partiendo de la obtención de este a partir de desechos de cáscaras de camarón, con el fin de analizar sus propiedades y el potencial que tienen, basándolo en base a la estructura y composición determinadas por una caracterización exhaustiva de dichas propiedades, para poder llegar a ser utilizadas en la remediación de aguas contaminadas. El enfoque de la tesis está centrada en la optimización del proceso de extracción del quitosano de cáscaras de camarón de la especie *Litopenaeus vannamei* y la generación de síntesis de carboximetilquitosano de esta materia prima; a partir de esto, se presenta también la síntesis y optimización de la producción de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano en conjunto con la caracterización de su estructura y propiedades fisicoquímicas, por los siguientes análisis: FTIR-ATR y de pastilla de KBr, resonancia magnética nuclear (RMN), microscopía de transmisión electrónica (TEM), XPS, difracción de rayos X, análisis termogravimétrico Y SQUID. A partir de esta caracterización, se busca entender mejor las propiedades de la

nanopartícula sintetizada, evaluar su estabilidad y su capacidad teórica de adsorción de contaminantes, sentando bases para futuras aplicaciones prácticas de las mismas en el ámbito de la remediación ambiental.

II. Objetivos

A. Objetivo general

Desarrollar y optimizar un proceso circular de síntesis a pequeña escala de nanopartículas de carboximetilquitosano magnetizadas, utilizando como materia prima quitosano obtenido a partir de desechos de cáscara de camarón de la especie *Litopenaeus vannamei*, junto con ello realizar una caracterización integral de las propiedades y características fisicoquímicas para evaluar su potencial teórico como material absorbente para la limpieza de aguas contaminadas, con el fin de abrir paso a futuras investigaciones que evalúen su veracidad por experimentación in vivo.

B. Objetivos específicos

1. Diseñar y optimizar el proceso de extracción y producción de quitosano partiendo de cáscaras de camarón de la especie *Litopenaeus vannamei*, tomando como base del procedimiento planteado por Contreras (2022), maximizando el rendimiento del producto final a partir del ajuste de las condiciones de reacción para la materia prima.
2. Desarrollar un proceso de síntesis de carboximetilquitosano a partir del quitosano extraído de camarón, evaluando y ajustando condiciones de reacción para la materia prima utilizada, para la obtención de un buen rendimiento y pureza.
3. Sintetizar nanopartículas magnéticas a base de carboximetilquitosano en combinación de magnetita a partir del procedimiento planteado por Cuadra (2017), optimizando las condiciones de las reacciones con la finalidad de mejorar el tamaño, funcionalidad y estabilidad del producto.
4. Caracterizar la morfología y estructura de las nanopartículas obtenidas mediante técnicas avanzadas como Microscopia Electrónica de transmisión (TEM), Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) con accesorio de ATR y de pastilla KBr, Difracción de Rayos X (XRD) y Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por Rayos X (XPS) para determinar sus características químicas y estructura.
5. Evaluar las propiedades físicas de las nanopartículas obtenidas utilizando técnicas como Análisis Termogravimétrico (TGA) y análisis de susceptibilidad magnética mediante SQUID, con ello, su estabilidad térmica y su carácter magnético.

III. Justificación

El agua es un recurso de gran importancia pues, de forma general, es la base de la misma vida. La disponibilidad de agua limpia es un requisito esencial para la actividad humana y la vida del resto de organismos; sin embargo, en la actualidad sufrimos una grave crisis en calidad de agua alrededor del mundo. Los cuerpos de agua de nuestro planeta sufren de graves problemas de contaminación que vienen de diversas fuentes, como la industria, la agricultura, la ganadería, e incluso el uso diario humano (Mishra y Clark, 2013). No es desconocido que la contaminación del agua es un desafío crítico en Guatemala. Según Basterrechea y Guerra (2019), los principales contaminantes en las aguas del país son metales pesados, en conjunto con diversos productos químicos agrícolas y contaminantes orgánicos de carácter farmacéutico, industrial y de uso común en el hogar. Las tecnologías actuales de bioremediación pueden requerir altos costos, y suelen ser poco prácticos. En este contexto, surge la necesidad de investigar alternativas más sostenibles y accesibles.

A nivel nacional, la industria camaronera es sumamente importante debido a su impacto socioeconómico, pero es una industria que llega a generar grandes cantidades de desecho, principalmente del caparazón del camarón. Se estima que, anualmente, se llegan a producir alrededor de 2,500 toneladas de residuos de camarón (AGEXPORT, 2019), los cuales son desaprovechados. En esta investigación se presenta como esta materia prima representa una oportunidad para convertir el desecho en un recurso valioso, utilizándose para la producción de quitosano y carboximetilquitosano, dos compuestos de alta importancia comercial y con diversas aplicaciones. Se ha demostrado en diversos estudios la capacidad del quitosano y el carboximetilquitosano como adsorbentes en diversos ámbitos, lo que lo convierte en un candidato prometedor para el apoyo en la purificación de agua. Su uso en el área de la nanotecnología une esta capacidad con las características de las nanopartículas, como el aumento de su área superficial, que permiten aumentar este beneficio, confiriéndoles una mejor capacidad para actuar como adsorbentes de diversos contaminantes de aguas.

La razón de la realización del presente proyecto es poder desarrollar, por medio de la nanotecnología, una propuesta de síntesis para un nanocompuesto de carboximetilquitosano magnético con potencial uso en bioremediación de aguas. Se propone la producción de nanopartículas a base de carboximetilquitosano, proveniente de la modificación del quitosano, el cual es extraído de los desechos industriales de camarón. Se justifica este estudio por la necesidad de validar también la viabilidad de estas nanopartículas como purificadores de agua, ya que la caracterización de estas permitirá obtener información sobre su estructura, estabilidad y potencial para ser utilizado como adsorbente. Esto brinda la posibilidad de comprender y manipular las propiedades de las nanopartículas para hacerlas interactuar con diversos contaminantes, proporcionando una base sólida para su evaluación en futuras investigaciones aplicadas.

IV. Marco contextual

Este proyecto de investigación es posible gracias al apoyo del pueblo americano por medio del apoyo de la Agencia de EE. UU. para el Desarrollo Internacional (USAID). El contenido es responsabilidad de los autores y no refleja necesariamente las opiniones de USAID o el gobierno de los Estados Unidos.

A. Sobre la Agencia de EE.UU para el Desarrollo Internacional (USAID)

Este proyecto de investigación se ha hecho posible gracias al apoyo del Pueblo Americano a través de la Agencia de los Estados Unidos para el Desarrollo Internacional (USAID), específicamente a través de la División de Investigación de USAID dentro del Centro de Innovación, Tecnología e Investigación (ITR/R), bajo el acuerdo cooperativo número 7200AA21CA00009, como parte del programa ASPIRE. ITR trabaja para mejorar los resultados del desarrollo a través de la generación y uso efectivo de la investigación científica alrededor del mundo, a través de todos los sectores y regiones en que trabaja USAID. La División de Investigación hace esto mediante alianzas dentro y fuera de USAID (particularmente con la comunidad académica mundial) para promover la elaboración y programación de políticas basadas en evidencia, fortalecer capacidades institucionales y humanas dentro de los sistemas mundiales de investigación, y, en definitiva, impulsar a los países socios de USAID a obtener resultados del desarrollo. ITR/R trabaja con USAID y la comunidad de desarrollo para asegurar que la investigación impulse un verdadero impacto a través de la absorción de datos y evidencia de calidad que desemboquen en programas, políticas y prácticas relevantes para el desarrollo.

B. Sobre Alianzas Sostenibles para la Innovación, Investigación y Emprendimiento (Aspire)

Aspire es un proyecto de cinco años financiado por USAID e implementado por el Instituto Tecnológico de Massachusetts (MIT), la Universidad del Valle de Guatemala (UVG) y la Asociación Guatemalteca de Exportadores (AGEXPORT). El objetivo principal es crear un modelo replicable de clase mundial sobre cómo las universidades latinoamericanas y sus colaboradores pueden responder a las necesidades locales y regionales de desarrollo. El proyecto implementa un enfoque colaborativo para la investigación, la enseñanza, la innovación, el emprendimiento y la transferencia de tecnología, buscando fortalecer los ecosistemas de innovación y emprendimiento en la UVG.

Este proyecto de investigación es posible también gracias al apoyo del grupo de reactividad fotoquímica (GRF) del Instituto de Ciencia Molecular de la Universidad de Valencia, Comunidad Valenciana, España.

C. Sobre la Universidad de Valencia (UV)

Dentro del proyecto de investigación, se llevó a cabo una estancia en el grupo de reactividad fotoquímica, del Instituto de Ciencia Molecular (ICMOL) de la Universidad de Valencia bajo la supervisión de las Dras. Raquel E. Galián y Julia Pérez Prieto. Gracias a la colaboración con dicho grupo, se lograron preparar eficientemente y caracterizar de manera exhaustiva los nanohíbridos de carboximetilquitosano y nanopartículas magnéticas mediante

técnicas de: espectroscopía Infrarrojo (FTIR), difracción de Rayos X (XRD), espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X (XPS), análisis termogravimétrico (TGA) y medidas de magnetismo.

V. Marco teórico

A. La industria camaronera

a. El papel del camarón en la industria guatemalteca

En Guatemala, el sector acuicultor se separa en dos ramas: la acuicultura para la producción de pescado y para la producción de camarón; la mayoría de los estudios de impacto socioeconómicos de la acuicultura en el país se basan únicamente en el cultivo de camarón, ya que es una de las únicas especies de acuicultura que es exportada extensivamente a nivel internacional. Por ende, esta actividad genera valor en moneda internacional según la bibliografía actual, que se encuentra actualizada hasta el periodo de 2004-2008 (FAO, 2021).

El cultivo de camarón comenzó en Guatemala alrededor del año 1983 y, en ese momento, no se contaban con áreas que pudieran acomodar las prácticas de cultivo extensivas que comenzaban a prevalecer en regiones como Ecuador y México. Estos eran los países que mostraron alto potencial de producción al iniciar los procesos durante la época; además, frecuentes terremotos, erupciones volcánicas, inundaciones y situaciones socioeconómicas que se dieron en el país durante varios años, fueron algunos desafíos que no permitían un crecimiento exponencial en la producción de camarón en el país (Global Seafood Alliance, 2018).

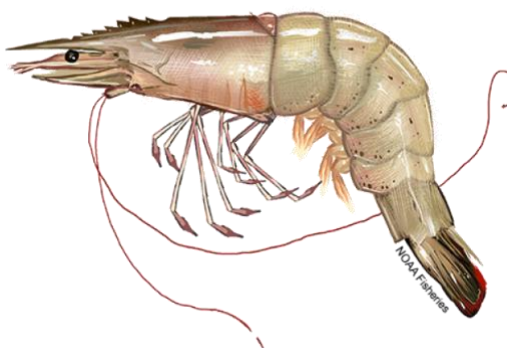
A pesar de los desafíos, luego de los años 2000, la industria camaronera tuvo un crecimiento exponencial, al acomodar prácticas de cultivo de tipo intensivo haciendo uso de pequeñas lagunas con ciclos cortos de producción (un modelo aplicado en países de Asia), lo que le permitió crecer lo suficiente para producir 60,000 libras por hectárea en cada ciclo. Guatemala cuenta con 120 granjas de producción de camarón registradas, y estas producen alrededor de 25,000 toneladas métricas de camarón en alrededor de 1,650 lagunas (FAO, 2021).

b. Características de la especie *Litopenaeus vannamei*

La especie *Litopenaeus vannamei*, conocida también como *Penaeus vannamei*, llamada de forma coloquial como camarón blanco, pertenece al filo de los artrópodos, lo cual quiere decir que tiene extremidades con uniones y un exoesqueleto que sustituye periódicamente. Es una especie nativa de las costas del Pacífico del este de México y el norte de Perú. Se desarrollan en costas donde la temperatura del agua supera los 25 grados Celsius durante todo el año y prefiere vivir en áreas de fondo fangoso en hábitats tropicales marinos (Dugassa y Gaetan, 2018).

Esta especie de camarón cuenta con 19 pares de segmentos corporales, donde los primeros 5 constituyen el área de la cabeza, los siguientes 8 el tórax y los 6 pares restantes constituyen el abdomen; en los pares de segmentos del área del abdomen se pueden encontrar las patas en los primeros 5 pares, mientras que el último es donde se encuentra la cola (Dugassa y Gaetan, 2018). Se puede observar una demostración gráfica de la morfología externa de la especie en la Figura 1.

Figura 1. *Morfología externa de camarón de la especie Litopenaeus vannamei.*



Nota. Adaptado de NOAA Fisheries (s. f.).

En cuanto a su exoesqueleto, se considera que la especie cuenta con un exoesqueleto conformado por un porcentaje del 17 al 42.2% de proteínas, un 17-32% de quitina, 4-17% de pigmentos y entre el 41-46% de ceniza, lo que representa compuestos de calcio, magnesio y fósforo (Cano et al., 2017).

c. Problemáticas de los desechos generados en la industria camaronera

Tal como se mencionó con anterioridad, la industria camaronera en Guatemala se ha expandido de forma significativa en las últimas décadas; sin embargo, este crecimiento ha traído consigo una problemática ambiental considerable, especialmente en cuanto a la gestión de residuos que son generados por el procesamiento del camarón para consumo y exportación, más que todo los exoesqueletos que son retirados y no son consumidos (Quiñónez, 2021).

Se estima que dependiendo del método de producción y producto final los desechos de camarón llegan a constituir entre el 40 y 70% del peso original procesado; solo en el 2017 se produjeron 13 mil toneladas de desecho de camarón, y se considera que anualmente se aumenta en al menos 200 toneladas desde entonces (Herrarte, 2021).

El principal reto en esta área es la gestión de este tipo de residuos donde, si no son manejados de forma correcta, influyen en la contaminación de ecosistemas locales y pueden llegar a afectar la salud pública gravemente mientras se lleva a cabo su descomposición. En Guatemala, la infraestructura de manejo de los desechos provenientes del sector acuicultor, enfrenta grandes limitaciones; al no contar con las tecnologías adecuadas, resulta difícil implementación de prácticas sostenibles o regulaciones estrictas que eviten que los desechos terminen dañando el resto de los ecosistemas (Ministerio De Ambiente y Recursos Naturales, 2021). Esto conlleva que el desecho de camarón obtenido en la industria termina en vertederos municipales, o incluso vertederos clandestinos, y permanece ahí hasta descomponerse, proceso que puede durar meses.

B. Situación actual del agua

a. Situación actual del agua en Guatemala

La contaminación del agua en Guatemala es uno de los principales problemas ambientales ya que, a nivel porcentual, solo una proporción pequeña de los habitantes tienen acceso a agua de buena calidad y en cantidad suficiente para satisfacer las necesidades de los hogares. Se registra que la disponibilidad anual del recurso hídrico a nivel nacional equivale a 154,900 metro cúbicos, no obstante, gran parte de este recurso se encuentra en malas condiciones debido al alto porcentaje de contaminantes como consecuencia del mal manejo y regulación de los desechos de las industrias agrícolas, tecnológicas y domésticas (Basterrechea y Guerra, 2019). Entre otras problemáticas que afectan la calidad del recurso hídrico se contemplan el vertido de aguas residuales sin tratamiento, la disposición indiscriminada de los desechos sólidos, fertilizantes con efectos nocivos para los cuerpos acuáticos e incluso plaguicidas sin control sanitario; esto implica que en múltiples partes del país se generan áreas con una alta concentración de contaminantes que, en conjunción con la deforestación, erosión y sedimentación, hacen que los cuerpos de agua sean recursos precarios para la población guatemalteca (Basterrechea y Guerra, 2019).

Según los datos proporcionados por el “Informe Nacional sobre la Situación de Manejo de Cuencas en Guatemala” (De Rendón et al, 2002) y el “Perfil Ambiental de Guatemala” elaborado por la Universidad Rafael Landívar (Universidad Rafael Landívar, 2005) se identifica que los cuerpos de agua que se han visto más damnificados a través del tiempo son los ríos Motagua, La Pasión, así como los lagos de Amatitlán y Atitlán. Estas fuentes hídricas enfrentan la descarga de desechos de la industria agrícola y agropecuaria, además, reciben cantidades inmensas de aguas negras y desechos sólidos de las comunidades aledañas; esto provoca que dichos cuerpos de agua presenten una proliferación de algas considerable como consecuencia de la hipernitrificación del recurso, haciéndolos los focos de preocupación más significativos a nivel nacional incluso tras múltiples inversiones de instituciones que buscan su restauración y conservación (De Rendón et al, 2002; Universidad Rafael Landívar, 2005).

Nótese que, a pesar de que se ha mencionado que la contaminación hídrica de Guatemala representa un problema ambiental, este también representa una problemática a nivel social y en el sector de salud dado que su disponibilidad para el consumo humano es limitada e incluso inexistente en múltiples puntos departamentales (Basterrechea y Guerra, 2019). Esto no solo repercute en el cese de servicios básicos, sino que también influye en la proliferación de enfermedades por la presencia de microorganismos en las aguas contaminadas; este, según el “Primer Reporte Nacional de Cambio Climático”, es la problemática más común en las comunidades rurales y asentamientos de las áreas urbanas del país, representando un problema que afecta más del 40% de la población guatemalteca (Basterrechea y Guerra, 2019). Asimismo, este problema se ve agravado por la ausencia de infraestructura, la cual evidencia que al menos el 5% de las aguas residuales del país no reciben los tratamientos adecuados antes de ser vertidas a los cuerpos hídricos, haciendo que el 60% restante de la población que si tiene acceso al recurso hídrico note un alto porcentaje de contaminación (Basterrechea y Guerra, 2019; Universidad Rafael Landívar, 2005).

A pesar de que existen leyes que buscan proteger la integridad de los cuerpos hídricos, tales como la “Ley Forestal” y la “Ley de Protección y Mejoramiento del Medio Ambiente”, la mala gestión de los recursos económicos y sociales impiden una respuesta eficiente ante los desafíos de la contaminación del agua en Guatemala (De Rendón et al, 2002). Del mismo modo, De Rendón et al. (2002) también hace un énfasis prioritario en la situación de las cuencas en Guatemala, haciendo notar que estas, al tener una conexión importante con los bosques y suelos de todo el país, representan un punto de interés para la conservación del recurso hídrico. Principalmente, los ríos Polochic y el río Usumacinta son los puntos de mayor interés para los organismos encargados de la conservación ambiental; estos han planteado proyectos que se centran en la cooperación técnica y económica para mejorar la situación actual de las cuencas del país, lo cual se debe a que estas representan un punto de interés comercial para organismos como el Banco Mundial o la FAO, por lo que en la actualidad se intentan llevar a cabo restauraciones para procesos de manejo integral y sustentable de estas áreas (De Rendón et al, 2002; Universidad Rafael Landívar, 2005).

b. Agentes contaminantes de principal interés

Actualmente la contaminación del agua por metales pesados y compuestos orgánicos representa la mayor amenaza ambiental y sanitaria en el recurso hídrico del país. Metales pesados como el plomo, el cadmio, el cromo y el arsénico son de los más abundantes en los mismos, ingresando a los afluentes como resultado del mal manejo de los desechos de distintas industrias. Según IARNA (2012), para 2009, 14 cuencas de agua se encuentran con alta contaminación no solo de metales, sino también contaminación física, biológica y de contaminantes de tipo industrial y agrícola.

La calidad del agua de algunos ríos y lagos del país ha sido medida en diversos estudios obtenidos de instituciones como AMSA, el INSIVUMEH, el MSPAS y algunas universidades nacionales; sin embargo, los esfuerzos se encuentran limitados a áreas geográficas específicas y no de forma completa a nivel nacional. Esto quiere decir que se conocen los niveles de contaminación de únicamente algunas cuencas de agua; sin embargo, de toda el agua utilizada en el país, anualmente se generan más de 1540 millones de metros cúbicos de aguas residuales, de las que únicamente se tratan 5%, y que son vertidas al 90% de los cuerpos de agua de toda Guatemala (Basterrechea y Guerra, 2019). Se conoce que, de las investigaciones con las que se cuentan, los cuerpos de agua del país cuentan con concentraciones preocupantes de metales pesados como cadmio, plomo y cromo y, según Redmon et al. (2022), también cuenta con altas concentraciones de arsénico, aluminio, manganeso, hierro y cobre.

La normativa actual sobre calidad del agua para consumo humano y de descargas de agua del país cuenta con límites permisibles de metales pesados; sin embargo, no establece parámetros para contaminantes emergentes y de tipo orgánico, como fármacos, disruptores endocrinos, detergentes y diversos agroquímicos, por lo que no se puede asegurar que estos no se encuentren presentes en aguas (IANAS, 2018). Además, no hay suficientes de estudios para el análisis de estos contaminantes en Guatemala, pero estudios como los presentados por Redmon et al. (2022), Meléndez et al. (2020) y Torres y Echeverría (2017) han presentado que se han detectado contaminantes de este tipo, principalmente contaminantes como el triclosán, PFAS y fármacos antibióticos, en los recursos hídricos del país. Por

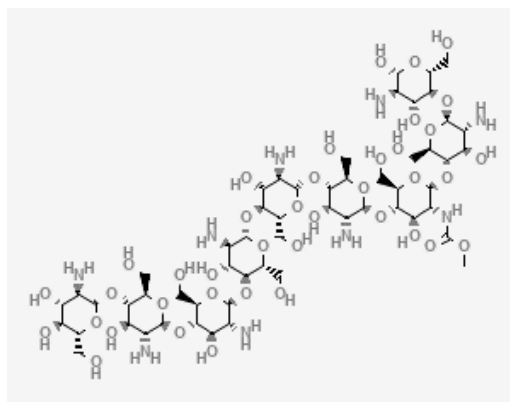
lo anterior, el deterioro en la calidad de agua es un problema grande en el país, con efectos en salud pública y sobre los ecosistemas; de continuar la tendencia de deterioro, la vulnerabilidad climática solo irá en aumento por lo que se deben buscar soluciones para mejorar la calidad del agua de forma accesible (Basterrechea y Guerra, 2019).

C. Quitosano

El quitosano (CS) es un polisacárido natural obtenido por la deacetilación de la quitina; ambos son parte de una familia de polisacáridos lineales compuestos por varias partes de residuos de N-acetil-2-amino-2-deoxi-D-glucosa y residuos de 2-amino-2-deoxi-D-glucosa unidos por un enlace glucosídico del tipo ($\beta 1 \rightarrow 4$), que puede observarse en la Figura 2 (Sivanshankari y Prahakaran, 2017).

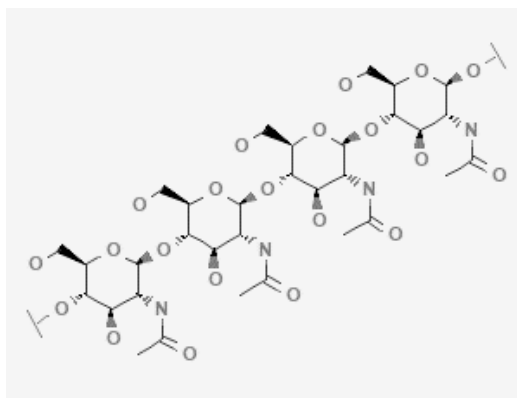
La quitina, obsérvese la Figura 3, es el segundo biopolímero más abundante en el planeta, puede ser hallado en el exoesqueleto de crustáceos, exoesqueleto de insectos, algas y en la pared celular de los hongos; a diferencia de la quitina, el quitosano, observado en la Figura 2, derivado de esta no ocurre con frecuencia en la naturaleza, sino que es obtenido principalmente por diversos métodos químicos de preparación (Sivanshankari y Prahakaran, 2017).

Figura 2. Estructura química del quitosano.



Nota. Tomado de National Center for Biotechnology Information, (2024)

Figura 3. Estructura química de la quitina.



Nota. Tomado de National Center for Biotechnology Information, (2024)

a. Propiedades físicas y químicas del quitosano

i. Solubilidad

Mencionado anteriormente, el CS es producido por la deacetilación de la quitina, donde unidades de N-acetilglucosamina son convertidas en unidades de glucosamina. La presencia de una gran cantidad de grupos $-NH_2$ en el CS le otorgan la solubilidad de este únicamente en soluciones ácidas; sin embargo, la solubilidad del CS depende mucho de factores como el peso molecular del polímero, el grado de acetilación, pH, temperatura y cristalinidad (Aranáz et al., 2021). Sin embargo, esta limitación de posibilidad ha demostrado que únicamente es soluble en soluciones acídicas acuosas bajo un pH de 6.5 (Mourya y Tiwari, 2010).

ii. Viscosidad

Aquellos compuestos con una alta viscosidad son difíciles de manejar, y en el caso del CS este parámetro depende del peso molecular del polímero y el grado de deacetilación, aunque la viscosidad se reduce al reducir el peso molecular. La viscosidad también se utiliza para determinar la estabilidad de un polímero, y el CS cuenta con una viscosidad alta incluso cuando un grado de acetilación bajo la reduce. Es por ello por lo que se busca modular la estabilidad del CS por medio de la adición de diversos solventes durante el proceso de síntesis de este (Aranáz et al., 2021).

iii. Química del quitosano

Los principales grupos reactivos que pueden hallarse en el quitosano son un grupo amino primario en el carbono 2 y dos grupos hidroxilo, uno primario y uno secundario, en el carbono 6 y en el carbono 3 respectivamente; también puede considerarse como grupo funcional el grupo acetamida y el enlace glucosídico entre los monómeros de quitosano (Aranáz et al., 2021).

Este compuesto ha llamado mucho la atención en diversos ámbitos, como en la medicina, la ciencia de materiales y la biotecnología debido a que ha demostrado tener diversas propiedades de interés actual, como su alta biocompatibilidad y biodegradabilidad; tiene propiedades antimicrobianas, no es tóxico para organismos ni para el ambiente y, además, es accesible y relativamente barato. La química del quitosano lo convierte en un material multifuncional y amigable, pero también tiene algunos contras: es un polímero con una estructura cristalina rígida y su solubilidad en agua es pobre, lo que limita su uso efectivo en diversos procesos. La solución a este problema es llevar a cabo la preparación de derivados solubles en agua, como el derivado carboximetilado (Rajabi et al., 2022).

iv. Derivados de quitosano

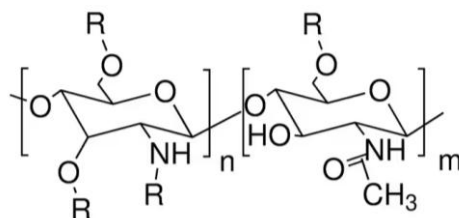
Los múltiples grupos funcionales de la molécula de quitosano le confieren la capacidad de sufrir modificaciones, lo cual le confiere nuevas propiedades y comportamientos; esta molécula es capaz de sufrir

alquilaciones, acilaciones, *cross-linking*, copolimerización, esterificación, carboximetilación y, por último, es capaz de actuar como una base de Schiff y como un coordinador para el acoplamiento de metales (Aranáz et al., 2021).

v. Carboximetilquitosano: características y propiedades

Una de las modificaciones más conocidas y estudiadas del quitosano es la conversión a su derivado carboximetilado por medio de una modificación hidrofílica, la reacción para su modificación ocurre entonces ya sea en su grupo hidroxilo en el C6 o en el grupo -NH₂ (Shariatinia, 2018), lo que produce carboximetilquitosano con una estructura similar a la que puede observarse en la Figura 4.

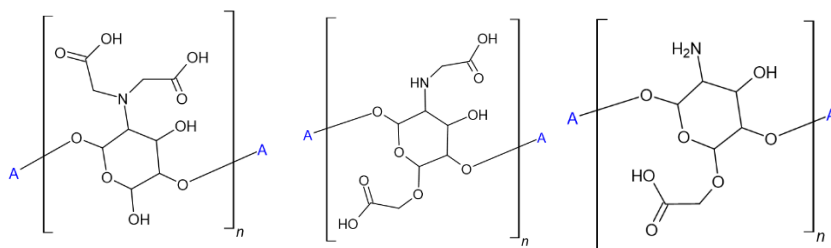
Figura 4. Estructura química simplificada del carboximetilquitosano.



Nota. Tomado de National Center for Biotechnology Information, (2024)

Los sitios reactivos del carboximetilquitosano son los grupos amino e hidroxilo presente en sus cadenas, por lo que se pueden obtener tres tipos de derivados carboximetilados dependiendo de las condiciones bajo las cuales se lleve a cabo la reacción (Shariatinia, 2018). Los tres tipos de variación del derivado carboximetilado que pueden obtenerse son N-, O-, y N,N-carboximetilquitosano, obteniéndose la variación de O-carboximetilquitosano cuando la reacción se lleva a cabo a temperatura ambiente con la adición de isopropanol, agua e hidróxido de sodio, y pudiéndose obtener las variaciones N-, N,N-carboximetilquitosano cuando se lleva a cabo a altas temperaturas (De Abreu y Filho, 2005); los tres derivados pueden observarse en la Figura 5.

Figura 5. Derivados de carboximetilquitosano.



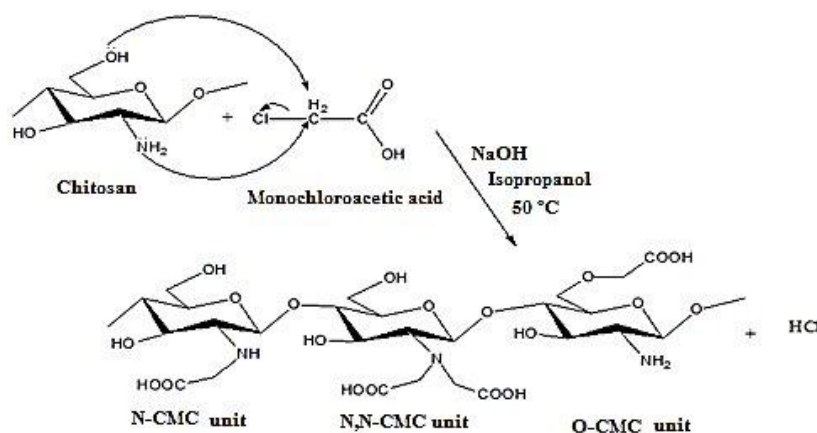
Nota. De izquierda a derecha: N,N-carboximetilquitosano, N,O-carboximetilquitosano y O-carboximetilquitosano.

Tomado de Shariatinia (2018).

Sin embargo, ambos grupos, tanto el hidroxilo como el grupo amino, son reactivos; por lo tanto, es posible añadir grupos carboximetilo tanto en los hidroxilos de los carbonos 3- y 6-, como en el grupo amino, donde pueden también pueden llegar a introducirse hasta dos grupos. La reacción no es completa, lo que causa que la modificación no sea homogénea y por lo tanto la estructura, al tomar en cuenta varias unidades, se convierte en algo muy complejo donde diferentes secciones de la cadena pueden variar en su modificación y por lo tanto en su comportamiento (De Abreu y Filho, 2005).

La elección de las condiciones de reacción y reactivos influye en la preparación de N,N-, O-, y N,O-carboximetilquitosano. La reacción de carboximetilación general ocurre reaccionando quitosano previamente alcalinizado en una solución de hidróxido de sodio; este es reaccionado con ácido cloroacético en medio acuoso, lo que genera una reacción de sustitución de grupos $-CH_2 - COOH$ dentro de la cadena, ya sea en el grupo amino o hidroxilo reactivos, tal y como puede observarse en la Figura 6. La producción predominante de O-carboximetilquitosano ocurre cuando la reacción se lleva a cabo a temperatura ambiente o en baño de hielo, en una mezcla de isopropanol y agua como medio acuoso; sin embargo, esta reacción es heterogénea, ya que puede también resultar en menor proporción las formas N,N- y N,O-carboximetilquitosano, proporción que aumenta a medida que se aumenta la temperatura (Chen y Park, 2003; Fonseca-Santos y Chorilli, 2016)

Figura 6. Reacción de carboximetilación de quitosano.



Nota. Tomado de Setyawati et al. (2017)

El derivado carboximetilado ha captado el interés debido a que, a diferencia de su matriz el quitosano, este es soluble en varios rangos de pH, ya que se puede disolver tanto en pH ácido como alcalino (Sivanshankari y Prahakaran, 2017) y se mantiene estable a pH neutro, lo que le da una ventaja a este compuesto en uso en el sector de ambiente como en el sector de salud (De Abreu y Filho, 2005).

D. El camarón como fuente de quitina para la producción de quitosano

La quitina, al ser el segundo polímero orgánico más abundante en la naturaleza, puede ser obtenida de diversas fuentes naturales, siendo una de ellas el exoesqueleto de crustáceos, moluscos, hongos y animales

invertebrados. Las mayores fuentes de quitina son la cáscara de cangrejos y camarones (Riofrio et al., 2021). Los desechos de cáscara de camarón son de los más abundantes en la industria de la acuicultura en la actualidad, siendo la cáscara del camarón un gran porcentaje del total del desecho obtenido de las camaronerías que procesan al mismo, aproximadamente un 35% de la producción total; este desecho se obtiene de cualquiera de los dos procesos siguientes: el proceso de muda de exoesqueleto durante la etapa de la producción o durante el procesamiento para su venta y consumo, ya sea por la empresa procesadora o por el usuario (Hosney et al., 2022). El desecho se genera en grandes cantidades por la industria, y tiene el problema de que se degrada lentamente, por lo que para desecharlo muchas veces solo es llevado a depósitos o es quemado, lo cual es un proceso poco sostenible y genera un gran impacto medioambiental (Riofrio et al., 2021). Este mismo desecho tiene la oportunidad de ser utilizado como una de las fuentes más grandes para la preparación de quitina, ya que el contenido de esta constituye entre el 15-40% del peso total de la cáscara seca, con variaciones del contenido dependiendo de la especie (Hosney et al., 2022).

La cáscara del camarón como tal no se considera de un valor económico muy alto, es utilizada en la preparación de alimentos para animales, o como saborizante natural para su uso en sopas y salsas; sin embargo, es una materia prima que es rica en proteínas, minerales y quitina, la cual puede transformarse en quitosano, el cual cuenta con un valor económico mayor a su predecesor debido a su diverso uso en distintas industrias, como en el sector salud, en limpieza de aguas e incluso en cosméticos, teniendo un valor en la industria que llega a ser de hasta 63 billones de dólares (Riofrio et al., 2021; Gurău, 2018).

La quitina puede extraerse mediante procesos químicos de la cáscara, y, por medio de una hidrólisis alcalina, convertirse en quitosano por un proceso de desacetilación. El proceso de extracción combina varias etapas para la eliminación de agua, proteínas, minerales propios de la cáscara, y, en el caso del camarón, en algunos estudios también se pasa por un paso de despigmentación, ya que la cáscara en el camarón cuenta con una alta cantidad de pigmentos que le confieren su característico color rojizo. Actualmente se conocen diversas metodologías para la extracción de quitina de las cáscaras en bruto, sin embargo, aún no hay un proceso sencillo, rápido y económico para poder escalarse a nivel industrial; entre estas metodologías se conocen procesos químicos, bioquímicos y biológicos para realizar la extracción, más la preferida comercialmente es la extracción química (Percot et al., 2002; Hosney et al., 2022).

a. Obtención de quitosano a partir de cáscaras de camarón

En todas las metodologías de obtención, antes de realizar la extracción, las cáscaras deben de limpiarse por medio de lavados con agua destilada para poder secarse y pulverizarse hasta llegar a un tamaño de partícula menor a los 250 micrometros, siendo evaluado el alcance de este tamaño por medio de un tamiz (Hoqani et al., 2020).

Las metodologías químicas actuales para la obtención de quitosano derivado de la cáscara de camarón varían dependiendo de cada paso a llevar a cabo. Suele llevarse a cabo en el siguiente orden, iniciando con la desmineralización, ya que el contenido de minerales en el exoesqueleto es alto, siendo los principales minerales contenidos el carbonato de calcio y el fosfato de calcio (Percot et al., 2002). Para este proceso se lleva a cabo

generalmente haciendo uso de ácidos, entre los cuales pueden hallarse el ácido nítrico, el ácido acético y, el más utilizado, el ácido clorhídrico, todos en un rango de concentraciones entre 0.2 y 2 M, y prosiguiendo con un tratamiento por calentamiento en rangos de tiempo de 1 a 48 horas en el rango de 22 a 90 grados Celsius (Al-Sagheer et al., 2009).

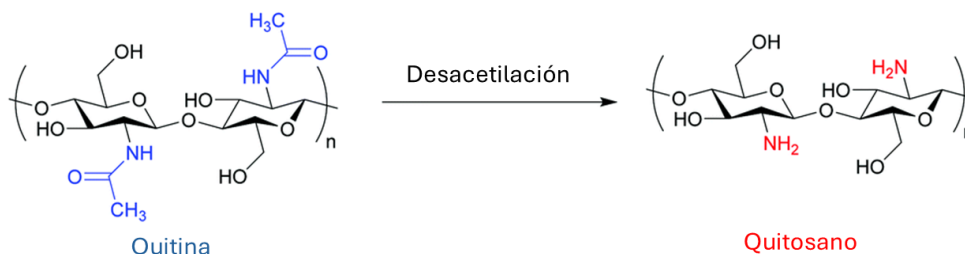
En caso del proceso de desproteinización, este se realiza para romper los enlaces entre la quitina y las demás proteínas presentes en la cáscara y, dependiendo de la metodología utilizada, podría realizarse antes o después de la desmineralización (Al-Sagheer et al., 2009). Este proceso se lleva a cabo por un tratamiento alcalino, utilizando hidróxido de sodio o potasio en soluciones de aproximadamente 1M, y haciendo uso de un calentamiento de 1 a 72 horas entre los 22 y los 100 grados Celsius, lo cual da como resultado la quitina sin mayor contaminante (Hosney et al., 2022).

En algunas metodologías, para la extracción de una quitina de mejor calidad se lleva a cabo una reacción extra, la cual es la decoloración o blanqueamiento, que busca eliminar el característico color rojizo del camarón y devuelve una quitina blanca con un mínimo de contaminantes coloreadas. El color que da la pigmentación a la cáscara de muchos crustáceos, como el camarón, es un carotenoide natural conocido como astaxantina, el cual proviene de precursores de betacaroteno que se acumulan en el organismo dependiendo de la ingesta de alimentos del animal, el cual es, además, un poderoso antioxidante (No et al., 1989). El proceso de decoloración utiliza oxidantes fuertes, en su mayoría peróxido de hidrógeno (H_2O_2), pero también se han realizado estudios haciendo uso de soluciones de acetona, hipoclorito de sodio y etilacetato. Muchas metodologías no indican concentraciones de esta solución, pero se considera que en un 30% es suficiente; asimismo, muy pocas incluyen un paso de calentamiento, las que lo mencionan no indican las condiciones óptimas de temperatura, pero sí de tiempo, el cual oscila entre 3 y 6 horas (No et al., 1989; Nessa et al., 1970; Mohanasrinivasan et al., 2013; Hoqani et al., 2020; Hoqani et al., 2021; Hosney et al., 2022).

El quitosano como tal se obtiene de la deacetilación química de la quitina, reacción que puede observarse en la Figura 7, donde el grupo $-NH_2$ desplaza al grupo acetil en el C2 de la glucosamina, e indica el nivel de deacetilación presente de esta sustitución, siendo el factor determinante para la diferenciación entre quitina y quitosano (Percot et al., 2002); además, es considerado una medición crítica para la determinación de las propiedades físicas y químicas de este último (Hosney, et al., 2022). Se conocen metodologías para la deacetilación haciendo uso de calor, y algunos otros haciendo uso de radiación de microondas, pero lo que tienen común es el uso de una solución fuertemente alcalina para poder alcanzar un buen grado de deacetilación; sin embargo, algunos estudios han utilizado también medios ácidos, pero no son recomendados debido a que daña los enlaces glucosídicos presentes, llegando a romper el polímero. Para la remoción eficiente de los grupos acetilo se utiliza una solución de hidróxido de sodio con concentraciones entre el 30 y 60%, dejándose reposar durante al menos 40 minutos o, incluso, hasta 3 días, siempre con un paso posterior de calentamiento en el rango entre los 22 y 100 grados Celsius (Al-Sagheer et al., 2009; Hosney et al., 2022). Este es el paso final para la obtención del quitosano a partir del camarón donde, de lograr optimizar el proceso para escalamiento industrial, puede ser un nuevo eslabón en la cadena de valor que permitirá el uso del desecho

de las camaronerías para generar productos de alto valor comercial; en este caso, produciendo quitina y quitosano de alta calidad a través de un proceso circular de aprovechamiento de recursos.

Figura 7. Reacción de desacetilación de quitina para conversión a quitosano.



Nota. Obtenido de Jin, et al. (2021).

E. Nanotecnología

La nanotecnología es una rama de estudio que se basa en la creación y caracterización de estructuras de la materia a niveles nano- y atómicos, ya que estas deben de ser más pequeñas que 100 nm. Los estudios en nanociencia son nuevos, ya que aún se tiene como limitante la tecnología disponible para trabajar a un nivel tan pequeño como lo es el nano (Gupta, et al. 2016). La nanotecnología es útil para la revolución en sectores industriales, ya que permite la fabricación de materiales ligeros con propiedades químicas potenciadas debido a su ligera estructura molecular, un ejemplo de esto es la creación de sensores de bajo costo, capacitores más rápidos, sistemas especializados en medicina y filtros para limpiar aguas, al desarrollar partículas selectivas que permitan remover los contaminantes más pequeños (Olivera, et al. 2016).

a. Nanopartículas para tratamiento de contaminantes en aguas

La limpieza de aguas ha utilizado por mucho tiempo tecnologías convencionales como la coagulación, oxidación, separación por membrana, el intercambio iónico, la electroprecipitación, y la evaporación, entre otras; sin embargo, no han sido adecuados para la limpieza total del agua. Esta es la razón por la cual la adsorción es considerada una de las alternativas en el manejo de contaminantes en el agua pues, al contar con un área superficial mayor, los nanomateriales son capaces de adsorber en mayor cantidad que el resto de los métodos actuales. En la actualidad se ha utilizado principalmente nanotecnología con base de carbono, pero es un método que aún necesita refinamiento para la adsorción de metales en el agua (Olivera et al., 2016).

En el caso del tratamiento de aguas, las nanopartículas desarrolladas se enfocan en la adsorción para el tratamiento, por lo que deben de cumplir ciertos criterios para permitir seleccionar el compuesto como un buen adsorbente según Gupta et al., (2016):

1. Ser ambientalmente benigno.

2. Ser reciclable.
3. El contaminante adsorbido puede eliminarse fácilmente de la nanopartícula.
4. Deben de demostrar una alta capacidad de adsorción y alta selectividad.

Los nanomateriales sintetizados hasta el momento a base de diversos elementos y polímeros logran satisfacer la mayoría de estos requisitos, por lo que tienen potencial para actuar como remediadores en problemas ambientales (Gupta et al., 2016).

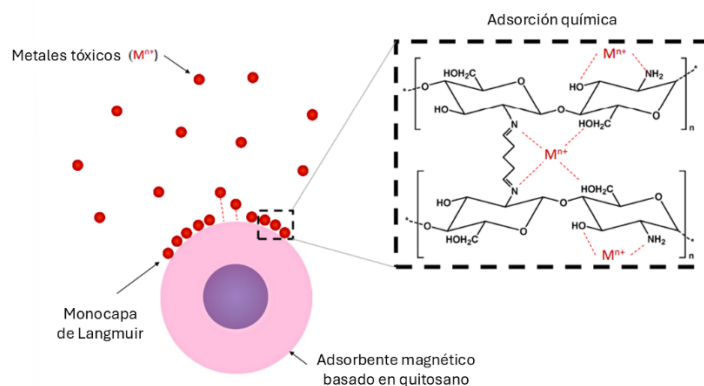
b. Nanopartículas magnéticas para tratamiento de contaminantes en aguas

i. Nanopartículas magnéticas producidas a base de quitosano

En 1980 se comenzó a investigar acerca del uso del quitosano como un agente importante para aplicar al tratamiento de aguas; al día de hoy el desarrollo de nano-adsorbentes y nanocompuestos se encuentra en auge debido al aprovechamiento de la funcionalidad de las nanopartículas ya que cuentan con un área superficial atractiva, son accesibles químicamente y no cuentan con una difusión interna; el fabricar nanopartículas de quitosano se ha vuelto un tema importante debido a las características del biopolímero, ya que es un compuesto natural, renovable, no benigno al ambiente, no tóxico, biodegradable y biocompatible (Olivera et al., 2016).

El quitosano puede ser aplicado en la nanotecnología de diversas formas, como nanoesponjas, nanogeles o nanoesferas, pero la mayoría suele mantener como principal método de acción su capacidad de funcionar como adsorbente (De Vargas Brião et al., 2020). El quitosano cuenta con la presencia de diversos grupos funcionales dentro de su cadena que le permite la adsorción de diversos compuestos, que pueden estar cargados o ser neutros, ya que contiene grupos del tipo N-H, O-H, C-N y C-O-C que, según diversos estudios, le brindan esa ventaja de adsorción multicomponente; la forma de interacción de los iones con estos grupos funcionales puede visualizarse en la Figura 8 (Liu et al., 2017).

Figura 8. Mecanismo propuesto para adsorción de nanopartículas de quitosano.



Nota. Obtenido de De Vargas Brião et al., (2020)

Se han evaluado distintos contaminantes en el proceso y cinética de adsorción del quitosano, a fin de determinar el comportamiento de este con diferentes tipos de contaminantes; sin embargo, la mayoría se han evaluado únicamente con metales pesados como plomo (Pb), cadmio (Cd) y cromo (Cr), o tintes orgánicos como rojo Congo y azul de metileno. Entre estos, Liu et al. (2017) evaluó como estos grupos funcionales en la molécula adsorbían metales pesados, en específico, plomo. Descubrió, por medio de análisis de infrarrojo, que todos los enlaces anteriormente mencionados participan en la adsorción de iones de Pb, y son capaces de retirar hasta el 95% de la concentración del contaminante en hasta 4 usos. En el caso de Lasheen et al. (2016) se analizó que el principal grupo funcional de adsorción para iones como Cu^{+2} , Pb^{+2} , Cd^{+2} y Ni^{+2} es el grupo amina primaria en la cadena junto con los grupos -OH presentes.

Últimamente hay una tendencia en explorar la adición de este material por medio de integración de centros magnéticos inorgánicos en su estructura. Compuestos de quitosano adsorbentes con propiedades magnéticas tienen la propiedad de ser fácilmente retirados de cualquier fase acuosa haciendo uso de un campo magnético externo, como un imán, lo que reemplaza la necesidad del uso de procesos de separación más invasivos, como centrifugación y filtración. Los componentes magnéticos que suelen utilizarse en producción son óxidos de distintos metales, como cobre, níquel, cobalto, manganeso y hierro, siendo el compuesto, magnetita, el más utilizado; todos estos metales cuentan con propiedades superparamagnéticas, lo que se confiere a los nanohíbridos que producen (De Vargas Brião et al., 2020).

Para la preparación de estas nanopartículas se utilizan distintos métodos, como la síntesis sonoquímica, hidro y solvothermal, pero una de las más utilizadas es la de coprecipitación con sales de los metales (Nasirimoghaddam et al., 2015). El tamaño de las partículas magnéticas que se sintetizan por medio de este método suele estar en el rango de los nanómetros, pero se considera que modificaciones en concentraciones pueden apoyar a generar partículas de mayor tamaño, así como puede fomentar a que estas nanopartículas naturalmente conformen aglomerados (Laurent et al., 2010). Según Motornov et al. (2008), la estabilidad coloidal de las soluciones utilizadas para la preparación es dictada directamente por las propiedades e interacciones entre los fluidos y la fase sólida de la reacción; por ello una estrategia interesante sería la optimización de la química detrás de la formación de la superficie orgánica.

Uno de los problemas para la aplicación de quitosano en la producción de nanopartículas para adsorción de contaminantes en aguas radica en su baja estabilidad como consecuencia de su carácter hidrofílico y su sensibilidad a los cambios de pH; por ello, su transformación a derivados como el carboximetilquitosano permite mejorar su interacción en estos ambientes gracias a la mejora de sus propiedades mecánicas como químicas (Daniyal et al, 2021).

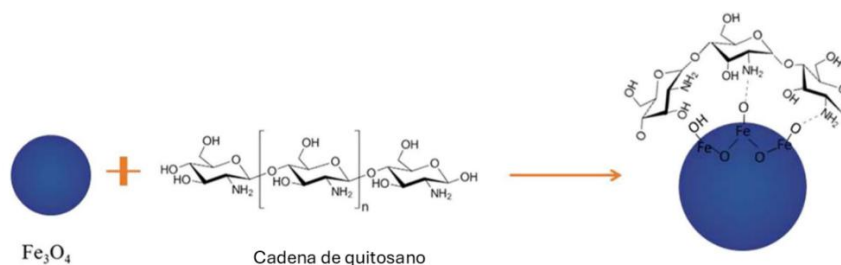
ii. Nanopartículas magnéticas producidas a base de carboximetilquitosano

El uso de carboximetilquitosano como materia prima para la producción de nanocompuestos de adsorción de contaminantes no se ha estudiado de forma extensiva como su predecesor el quitosano. Actualmente, hay pocos estudios que evalúan su comportamiento como adsorbente y como productor de nanomateriales. Sin embargo, Nasirimoghaddam et al. (2015) presentó la preparación de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano con magnetita para la adsorción de iones de mercurio, con un porcentaje de adsorción de más del 86% para todas las pruebas realizadas en muestras en solución acuosa. En este caso, los autores determinaron que la mayor interacción son fuerzas físicas para la adsorción de este recubrimiento.

Charpentier et al. (2016) presentó la producción de nanopartículas de carboximetilquitosano en conjunto con magnetita para la adsorción de diversos metales pesados, como plomo, cobre y zinc, en solución acuosa, preparándose por medio de un proceso solvotermal. En este caso, se determina que la presencia de los grupos amino y el enlace carboxílico ($C=O$), son sitios de adición de estos metales, y cuentan con capacidad de adsorción mayor al 80%. Cuadra (2019) presenta también la aplicación de nanopartículas de carboximetilquitosano magnéticas para la remoción de tintes orgánicos en aguas, específicamente el pigmento *Fire Orange*, el cual es un catión orgánico, teniendo una capacidad de adsorción arriba del 90% de la concentración inicial.

Para esta investigación, la síntesis realizada se basa en coprecipitación de sales férricas y ferrosas en una solución acuosa en una razón estequiométrica 2:1, junto con una solución acuosa de carboximetilquitosano, procedimiento adaptado de la producción por coprecipitación de nanopartículas de quitosano. Ambas soluciones se combinan, y posteriormente se precipitan en una solución básica, en este caso hidróxido de amonio, para precipitar las partículas. El mayor interés es el uso de O-carboximetilquitosano para la formación, ya que el biopolímero cuenta con un grupo amino y grupos hidroxilo que son capaces de reaccionar con los grupos de la superficie de la magnetita, principalmente interactuando el nitrógeno con el oxígeno presente, tal y como se observa en la Figura 9 (De Vargas Brião et al., 2020).

Figura 9. Propuesta de interacción entre las cadenas del biopolímero con magnetita.



Nota. Obtenido de De Vargas Brião et al., (2020)

Todo esto demuestra que el carboximetilquitosano aplicado a la producción de nanopartículas magnéticas exhibe buenas propiedades y características importantes para ser evaluado como adsorbente para diferentes contaminantes en limpieza de aguas contaminadas. Este material se destaca por su versatilidad al demostrar capacidad de adsorber metales pesados y algunos tintes orgánicos en estudios previos, esta capacidad invita a estudiar la producción de nanopartículas de magnetita y carboximetilquitosano, evaluando a profundidad sus propiedades fisicoquímicas, ampliando el conocimiento sobre su desempeño como adsorbentes en aguas contaminadas.

VI. Metodología

A. Preguntas de investigación

- a. ¿Cómo influye la adición del derivado carboximetilado del quitosano proveniente de camarón *Litopenaeus vannamei* en la síntesis de nanopartículas magnéticas?
- b. ¿Cuál es el efecto de la adición de carboximetilquitosano a nanopartículas de magnetita sobre su eficacia de adsorción de contaminantes para su uso en remediación de aguas contaminantes?

B. Hipótesis

- a. H1: La adición a las nanopartículas de carboximetilquitosano proveniente de quitosano de cáscaras de camarón *Litopenaeus vannamei*, influye en el tamaño y forma del nanocompuesto final debido a la encapsulación de la matriz orgánica alrededor de la magnetita.
- b. H2: El carboximetilquitosano afecta en la capacidad de adsorción de las nanopartículas magnéticas aumentando la eficiencia de esta para adsorber contaminantes debido a la inclusión de grupos funcionales polares y apolares de la cadena polimérica que le brindan la capacidad de interactuar efectivamente con contaminantes aniónicos y catiónicos.

C. Variables

Cuadro 1. Descripción de variables de la experimentación.

Variable	Definición conceptual	Definición operacional
pH	El nivel de pH bajo el cual se trabajan diversos pasos de la síntesis de quitosano y carboximetilquitosano.	Independiente.
Tiempo	El tiempo será un valor crítico para determinar cuántas moléculas se verán afectadas por las reacciones del proceso de síntesis y los múltiples análisis para su caracterización.	Independiente.
Temperatura	La temperatura a la cual se llevarán a cabo los pasos de síntesis donde esta es un factor importante en el rendimiento a obtener.	Independiente.
Grado de desacetilación del quitosano	Grado de acetilación logrado para la producción de quitosano de calidad para síntesis de nanopartícula.	Dependiente. El rendimiento de la desacetilación depende del tiempo de reacción.

Continuación Cuadro 1.

Variable	Definición conceptual	Definición operacional
Grado de carboximetilación de carboximetilquitosano	Grado de carboximetilación lograda para la obtención de carboximetilquitosano de la materia prima utilizada.	Dependiente. El rendimiento de la carboximetilación depende de la temperatura de reacción.
Tamaño de nanohíbrido	Tamaño obtenido de la nanopartícula individual.	Dependiente. Va ligado al tiempo de reacción, la temperatura y la concentración de cada reactivo.
Estabilidad térmica de la nanopartícula	Variación de la integridad de la nanopartícula valorada en el porcentaje de peso perdido proporcionalmente a la temperatura.	Dependiente. El porcentaje del peso de la nanopartícula variará con respecto a la temperatura del medio de estudio.
Grado de magnetismo	Medición de la capacidad magnética de nanopartículas sintetizadas.	Dependiente. El tipo de magnetismo es dependiente del tamaño final de nanopartícula y las condiciones de formación.

D. Materiales

a. Cristalería:

- Balón de tres bocas 500 ml.
- Balón de fondo redondo de una boca, 25, 50 y 100 ml.
- Beakers de 5, 10, 20, 50, 125 y 250 ml.
- Probetas de 10, 50, 100 y 250 ml.
- Balón aforado de 25, 50, 1000 y 2000 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 5 y 10 ml.
- Kitasato de 250 y 500 ml.
- Varillas de vidrio.
- Vidrio de reloj.
- Sistema de secado a vacío con adaptador para conexión a vacío.
- Embudo de vidrio.
- Embudo cerámico.

b. Reactivos:

- Hidróxido de potasio >99%. Merck Millipore.
- Hidróxido de sodio >99%, pellets. Sigma Aldrich.
- Peróxido de hidrógeno 25%. Merck Millipore.
- Ácido cloroacético. >99%. Sigma Aldrich.
- Sulfato de hierro heptahidratado. >99%. Sigma Aldrich.

- Cloruro de hierro hexahidratado. >99%. Sigma Aldrich.
- Hidróxido de amonio 25%. Sigma Aldrich.
- Etanol absoluto. Sigma Aldrich.
- Acetona. Scharlau.
- 2-propanol. Scharlau.
- Bromuro de potasio grado espectroscópico al 99%. ACROS Organics.
- Ácido clorhídrico. 37%. Scharlau.
- Ácido trifluoroacético deuterado al 99.5%. Scharlau.
- Agua deuterada al 99%. Eurisotop.
- Dimetilsulfóxido deuterado al 99.8%. Eurisotop.

c. Equipo:

- Pipetas automáticas de volumen variable Sartorius de 1000, 100, 10 microlitros.
- Centrifuga ThermoScientific Sorvall Legend XIR.
- Plancha agitadora con calentamiento IKA modelo C-MAG HS7.
- Balanza analítica Denver Instruments APX-2001.
- Balanza analítica OHAUS Adventurer.
- Espectrómetro de infrarrojo ThermoScientific Nicolet iS50R.
- Espectrómetro de resonancia magnética nuclear Bruker Avancell 300.
- Microscopio electrónico de transmisión JEOL jem 1010 de alto contraste.
- Sistema de difracción de rayos X Bruker AXS D8 ADVANCE A25
- Magnetómetro SQUID Quantum Design MPMS-XL-7
- Analizador termogravimétrico TGA 550 TA Instruments
- Espectrómetro de fotoelectrones emitidos por rayos X VG-Microtech Multilab 3000

E. Método experimental

El proceso de extracción de quitina y preparación de quitosano se llevará a cabo tomando como base el procedimiento presentado por Contreras (2022), el cual se presenta a continuación.

a. Preparación previa de las cáscaras de camarón

Para poder extraer la quitina, se inició con 80 kg de cáscara de camarón congelada, sin cabeza y sin cola. Se inició descongelando la materia, a temperatura ambiente, y se lavaron las cáscaras con abundante agua, para poder remover los restos orgánicos que aún pueden encontrarse presentes en las mismas. A continuación, la cáscara limpia se secó a 80-90 °C por 8 horas aproximadamente, haciendo uso de un horno convencional. Se retiraron las cáscaras en el momento en que estas se rompieran con facilidad al presionarlas entre los dedos. Las cáscaras ya secas son

molidas hasta observar una reducción considerable en el tamaño de partícula. Por último, el producto ya molido se tamizó hasta obtener partículas con un tamaño menor a 250 microgramos, haciendo uso de mesh 60 o valores superiores.

b. Desproteinización

Se preparó una solución de hidróxido de sodio (KOH) al 25% v/v, preparando 150 ml en un balón aforado, llegando al aforo con agua destilada. Se tomó a continuación 5 g de harina de cáscara seca tamizada previamente, y se coloca en un beaker de 250 ml al cual se le añaden 50 ml de la solución de KOH 25% v/v preparada anteriormente. Se agitó levemente para obtener una solución homogénea. Luego se procedió a la etapa de calentamiento en un microondas de cocina convencional, la solución de muestra con KOH debe calentarse 5 minutos a una potencia de 145W y posteriormente 3 minutos a una potencia de 435 W. Se dejó enfriar la solución a temperatura ambiente, y luego se filtró el precipitado obtenido haciendo uso de un sistema de filtración al vacío y se recupera el sólido en el filtro. Se lavó con agua destilada el sólido obtenido hasta obtener un pH neutro. Por último, se secó el sólido en horno durante aproximadamente 2 horas, a 80 °C.

c. Desmineralización

Se inició preparando una solución de ácido clorhídrico (HCl) al 12% v/v, se preparan 150 ml en un balón aforado, llevando a aforo con agua destilada. El sólido obtenido en el paso anterior se colocó en un beaker de 250 ml, al cual se añaden 50 ml de solución HCl 12% v/v preparada previamente. Se agita levemente para obtener una solución homogénea. Se procede a la etapa de calentamiento en microondas, colocando la solución de muestra con HCl a calentar por 8 minutos a una potencia de 580 W. Se deja enfriar la solución a temperatura ambiente, se procede a realizar una filtración al vacío para la recuperación del sólido en el filtro. Este sólido obtenido se debe lavar con agua destilada hasta obtener un pH neutro. Por último, el sólido debe secarse en horno durante aproximadamente 2 horas a 80 °C.

d. Decoloración

Se inició preparando una solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 15% v/v, preparándose 150 ml en un balón aforado, llevando a aforo con agua destilada. Se tomaron 5 g del sólido obtenido de la etapa anterior y se colocaron en un beaker de 250 ml con 50 ml de la solución de H_2O_2 al 15% v/v. Se agitó levemente para obtener una solución homogénea, la cual se debe dejar reposar por 24 horas a temperatura ambiente. Se continuó con la etapa de calentamiento en el microondas, calentando por 4 minutos a una potencia de 435 W. Se permitió a la solución enfriar a temperatura ambiente. A continuación, se procedió con una filtración al vacío para la recuperación del sólido en el filtro. Se realizaron lavados con agua destilada al sólido obtenido hasta alcanzar un pH neutro. Por último, el sólido se secó en horno durante aproximadamente 2 horas a 80 °C.

e. Desacetilación

Se inició preparando una solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 50% v/v, preparándose 150 ml en un balón aforado, llevando a aforo con agua destilada. Se toman 5 g del sólido obtenido de la etapa anterior, y se colocan en un beaker de 250 ml, al cual se le añade también 50 ml de la solución de NaOH 50% v/v preparada previamente. Se agitó levemente hasta obtener una solución homogénea y se continuó con el paso de calentamiento en el microondas. Se calentó la solución por 8 minutos, a una potencia de 435 W. Posteriormente se dejó enfriar a temperatura ambiente. El sólido obtenido se lava hasta alcanzar un pH neutro. Por último, el sólido obtenido debe secarse en horno durante aproximadamente 2 horas a 80 °C.

Se llevo a cabo una modificación al procedimiento utilizando un tratamiento térmico desarrollado específicamente para este estudio, adaptado a partir de recomendaciones obtenidas brindadas por Novikov, et al., 2023. Se realizó esta modificación para optimizar este paso, el cual se presenta a continuación.

Se inició preparando una solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 50%, preparando 50 ml de solución. Se tomaron 4.1713 g de quitina, y se colocó en un beaker de 250 ml, a continuación, se le añaden los 50 ml de solución NaOH 50% preparada previamente y se coloca el beaker en un baño de glicerol previamente calentado a una temperatura de 100 °C. Se mantuvo la solución de quitina e hidróxido en constante agitación durante 3 horas. Luego de este tiempo, se le añadió a la solución suficiente agua destilada para reducir la concentración de hidróxido a 40% y luego se dejó agitar por 3 horas más. Al terminar, se dejó enfriar la solución a temperatura ambiente, y posteriormente se lavó el sólido obtenido con agua destilada hasta la obtención de un pH neutro. Para secar, se colocó el sólido en un sistema de filtración al vacío para retirar la mayor cantidad de agua posible. Por último, se colocó en un horno convencional a 80 °C durante dos horas para terminar el secado.

f. Caracterización del quitosano

i. Determinación del grado de desacetilación por análisis de infrarrojo (IR)

Para el análisis de quitosano en infrarrojo se utilizó la técnica de análisis por pastilla de KBr. Para la formación de la pastilla, se colocó KBr grado espectroscópico a secar en un horno convencional por un día a 110 °C. Luego de este tiempo se colocaron 350 mg de KBr en un mortero de cuarzo y se molió hasta homogeneidad y tamaño considerablemente pequeño, a continuación, se añadieron 10 mg de muestra de quitosano y se continuo con el mortero hasta que el KBr y quitosano formaron una mezcla en polvo homogénea. Se cargó el sólido molido a una prensa hidráulica para formación de la pastilla y se prensa con suficiente fuerza para obtener una pastilla traslúcida que permite la luz pasar a través de sí.

El grado de desacetilación se determinó haciendo uso de la Ecuación 1, obtenida de Zhang et al. (2005), la cual se presenta a continuación.

Ecuación 1. *Grado de desacetilación por medio de análisis infrarrojo*

$$\%DD = 100 \times \left(1 - \left(\frac{A_{1650}}{A_{3420}} \right) / 1.33 \right)$$

Donde %DD es el porcentaje de desacetilación, A_{1650} es la absorbancia a 1650 cm^{-1} y A_{3420} es la absorbancia a 3420 cm^{-1} (Zhang, et al. 2005).

ii. Rendimiento de reacción

La determinación del rendimiento de reacción se llevó a cabo haciendo uso de la Ecuación 2, a continuación.

Ecuación 2. *Rendimiento de reacción.*

$$\frac{\text{Valor obtenido}}{\text{Valor esperado}} \times 100\% = \% \text{ Rendimiento de reacción}$$

g. Carboximetilación

El proceso de carboximetilación para la producción de carboximetilquitosano se desarrolló específicamente para la investigación presente para poderse ajustar a las materias primas utilizadas, adaptado a partir de recomendaciones de los procedimientos planteados por Chen y Park, 2003; Cuadra et al., 2019.

Se colocaron 0.5 gramos de quitosano en un balón de tres bocas de 150 ml, junto con 11.6 ml de isopropanol y 2.9 ml de agua destilada en agitación constante a temperatura ambiente durante 30 minutos. A continuación, se preparó 4.15 ml de una solución 40% NaOH y se añadió por goteo lento a la solución de quitosano por medio de una ampolla, dejando en agitación por una hora. Luego, se preparó una solución de 0.58g de ácido cloroacético, la cual se añade por goteo lento a la solución de quitosano por medio de una ampolla, y se mantuvo en agitación durante 5 horas. Se añadió a continuación 100 ml de etanol al 80% para detener la reacción, y se dejó agitando durante media hora. El sólido obtenido se recupera por medio de filtración al vacío, se debe realizar lavados con una mezcla de etanol/agua progresiva, partiendo de una concentración del 80% hasta llegar a etanol absoluto. Por último, al terminar el lavado, se deja secar completamente a vacío.

h. Caracterización del carboximetilquitosano

i. Determinación de carboximetilación por análisis de infrarrojo

Para el análisis de carboximetilquitosano en infrarrojo se utilizó la técnica de análisis por pastilla de KBr. Para la formación de la pastilla, se colocó KBr grado espectroscópico a secar en un horno convencional por un día a 110°C . Luego de este tiempo se colocaron 350 mg de KBr en un mortero de cuarzo y se molió hasta homogeneidad y tamaño considerablemente pequeño, a continuación, se añadieron 10 mg de muestra de carboximetilquitosano y se continuo con el mortero hasta que el KBr y la muestra formaron una mezcla en polvo homogénea. Se cargó el sólido molido a una prensa hidráulica para formación de la pastilla y se prensó con suficiente fuerza para obtener una pastilla traslúcida que permite la luz pasar a través de sí.

ii. Determinación de conversión por resonancia magnética nuclear (RMN)

Para la preparación de muestras para análisis de RMN se disuelven 10 mg de muestra de carboximetilquitosano en 1 ml de una solución de D_2O . A continuación, se añadió la mezcla a un tubo de RMN limpio para llenar hasta lo necesario especificado por el equipo.

iii. Rendimiento de reacción

Se llevó a cabo haciendo uso de la Ecuación 2.

i. Preparación de nanopartículas de carboximetilquitosano (S-CMCNa@Fe₃O₄) y magnetita

El proceso de preparación de las nanopartículas se llevó a cabo tomando como base el procedimiento descrito por Cuadra, et al (2019), con modificaciones en cuanto a las cantidades iniciales de cada reactivo.

Se disolvió cloruro de hierro ($FeCl_3$) junto con sulfato de hierro heptahidratado ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) en 125 ml de agua destilada, los datos específicos se muestran en el Cuadro 2. Se mezcló durante al menos una hora. Luego se debe de añadir una solución preparada de carboximetilquitosano disueltos en 10 ml de agua destilada. Esta mezcla se colocó en un sistema de reflujo durante 19 horas a 45 °C. Al final de la reacción, la mezcla de hierro con carboximetilquitosano, se añadió por goteo en 37.5 ml de hidróxido de amonio (NH_4OH), al mismo tiempo debe de mezclarse por una hora a temperatura ambiente. Se permite al sólido negro obtenido precipitar, para poder decantarse y lavarse con agua destilada. Se centrifugó a 10,000 rpm por 10 minutos y se retiró el sobrenadante. Por último, el sólido se secó a vacío por 10 horas.

Cuadro 2. Pesos definidos para las pruebas de síntesis de nanopartículas magnéticas.

Reactivo	Prueba 1 (mg)	Prueba 2 (mg)	Prueba 3 (mg)
$FeCl_3$	6000	3000	873
$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	2810	1405	312
Carboximetilquitosano	155	250	300

Para el proceso de producción de magnetita, se llevó a cabo tomando como base el procedimiento descrito por Cuadra (2017).

Se colocaron 10 ml de agua destilada en un balón de fondo redondo de 25 ml, dentro del cual se añadieron 234 mg de y 500 mg de. Se colocó en agitación constante durante 3 horas. A continuación, se armó un sistema de baño de glicerol a una temperatura de 50 °C, se pasó el balón con la solución de compuestos de hierro a este sistema y se continuó la agitación, dejando agitar por dos horas. Luego, se retiró el balón del sistema y se dejó enfriar a temperatura ambiente, sin detener la agitación, y al enfriar se le añadieron 2.8 ml de una solución 25% de por goteo lento. Se continuó con la agitación durante una hora. Se retiró el sólido negro obtenido por centrifugación de la

solución, a 10,000 rpm durante 10 minutos, y se realizó un lavado con agua destilada hasta pH neutro. Para secar el sólido se colocó a vacío durante 5 horas.

j. Caracterización de S-CMCNa@Fe₃O₄ y Fe₃O₄

i. Rendimiento de reacción

Se llevó a cabo haciendo uso de la ecuación 2.

ii. Caracterización morfológica y fisicoquímica

Se llevó a cabo la caracterización de las nanopartículas obtenidas por medio de equipo brindado por la Universidad de Valencia. Se entregaron 10 mg de nanopartículas al Centro de Soporte a la Investigación y a distintos equipos del Instituto de Ciencia Molecular para cada caracterización llevada a cabo (solo se utilizaron las nanopartículas de S-CMCNa@Fe₃O₄ obtenidas en la prueba 2). Se realizaron las pruebas de imagen TEM, XRD, XPS, magnetometría SQUID, TGA y FTIR de pastilla de KBr.

VII. Resultados

A. Resultados de proceso de extracción de quitosano

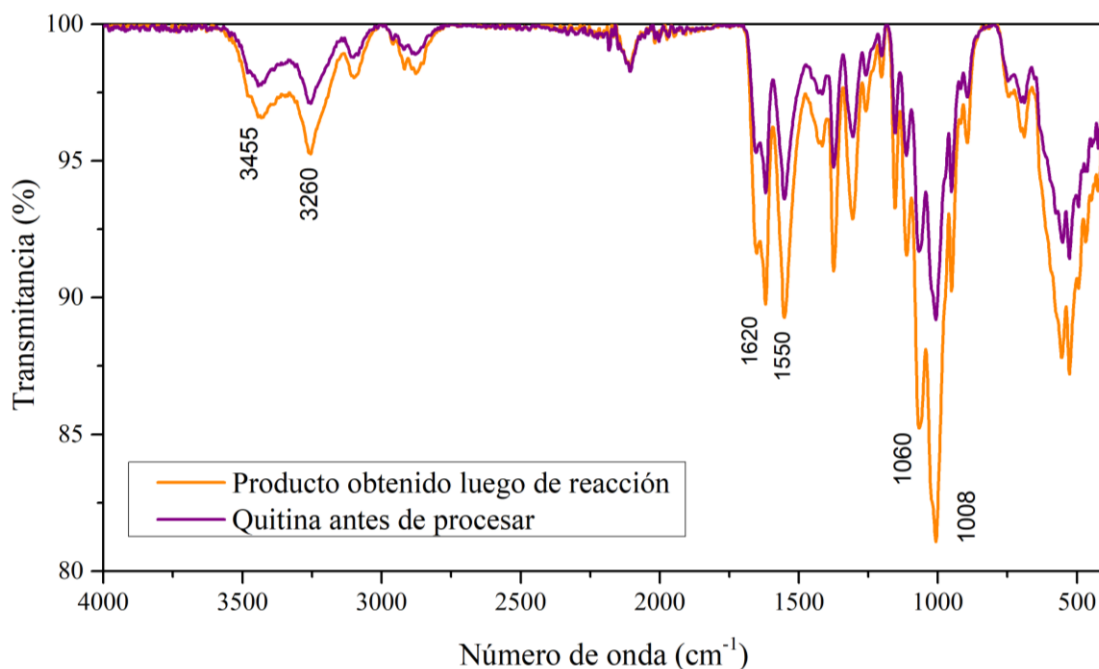
Se presenta en el Cuadro 3 los porcentajes de rendimiento obtenidos para cada paso de extracción de la quitina de las cáscaras de camarón *Litopenaeus vannamei*, obtenidos haciendo uso de la Ecuación 2.

Cuadro 3. Rendimiento final de pasos de extracción de quitina de cáscaras de camarón.

Paso de extracción	Porcentaje de rendimiento (%)
Desproteínización	41.9
Desmineralización	26.7
Decoloración	54.7

En el espectro infrarrojo mostrado en la Figura 10, se comparan las muestras de quitina obtenida con el presunto quitosano obtenido al seguir el procedimiento de radiación de microondas presentado por Contreras (2022). Se puede observar que se obtiene un patrón prácticamente idéntico en ambas muestras, con las bandas características del grupo funcional amida en 3455 cm^{-1} y 3260 cm^{-1} , así como la banda de estiramiento del enlace carbonilo ($\text{C}=\text{O}$) en 1620 cm^{-1} .

Figura 10. Espectro infrarrojo de quitina obtenida por procedimiento de Contreras en comparación con producto obtenido de procedimiento de producción de quitosano de mismo procedimiento.



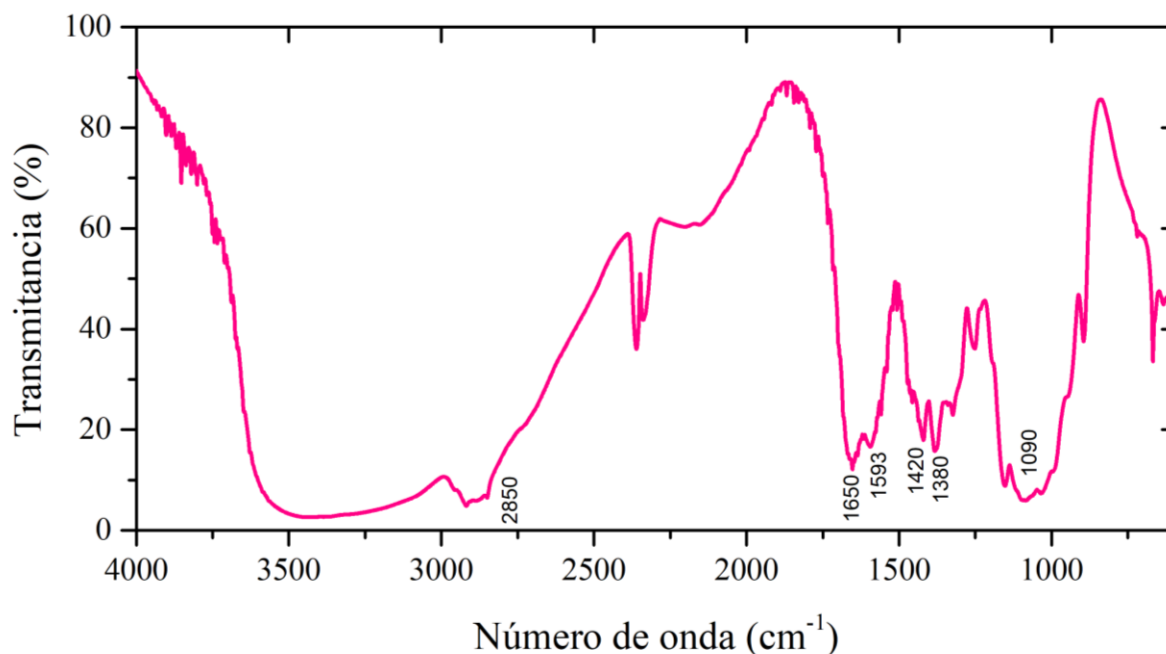
Se presenta en el Cuadro 4 el rendimiento de la extracción de quitosano tras el tratamiento térmico al cual se expuso la materia prima; se indica la cantidad obtenida (mg) y el porcentaje que representa de la cantidad inicial (%), obtenido haciendo uso de la Ecuación 2.

Cuadro 4. *Rendimiento de la extracción de quitosano obtenido de nuevo procedimiento de tratamiento térmico.*

Cantidad de quitina procesada (mg)	Cantidad de quitosano obtenido (mg)	Rendimiento
4,171.3	3,545.2	84.99%

Se presenta el espectro infrarrojo del quitosano obtenido del camarón, en la Figura 11, haciendo uso de la modificación realizada a la metodología, donde se identifican los grupos funcionales más importantes.

Figura 11. *Espectro infrarrojo (IR) de quitosano obtenido por procedimiento modificado de tratamiento térmico.*



El pico en 2850 cm^{-1} corresponde a la vibración de los enlaces C-H de los grupos metilo y metileno de la molécula. El pico a 1650 cm^{-1} corresponde al estiramiento de los grupos carbonilo (C=O) presentes en el grupo amida, característico de las estructuras del quitosano. El pico en 1593 cm^{-1} indica la presencia de flexiones del grupo N-H de las aminas primarias de la estructura, que confirma la conversión de quitina a quitosano. Asimismo, las vibraciones del pico en 1420 cm^{-1} indican la deformación de los enlaces C-H, mientras que el del pico en 1380 cm^{-1} se asocia a las deformaciones simétricas de estos. Finalmente, el pico en 1090 cm^{-1} corresponde al estiramiento de los enlaces C-O-C de los anillos de glucosa del quitosano, siendo uno de los grupos característicos de este tipo de polímeros.

Se presenta en el Cuadro 5 la medición en triplicado para la determinación del grado de desacetilación obtenido, junto con su promedio, en la producción de quitosano del método modificado haciendo uso de la ecuación 1 con los datos presentados en el Anexo 25.

Cuadro 5. *Grado de desacetilación del quitosano obtenido.*

No. De lectura de muestras de quitosano	Grado de desacetilación (%)
1	86.99
2	83.88
3	83.66
Promedio	84.84

B. Resultados de síntesis de carboximetilquitosano

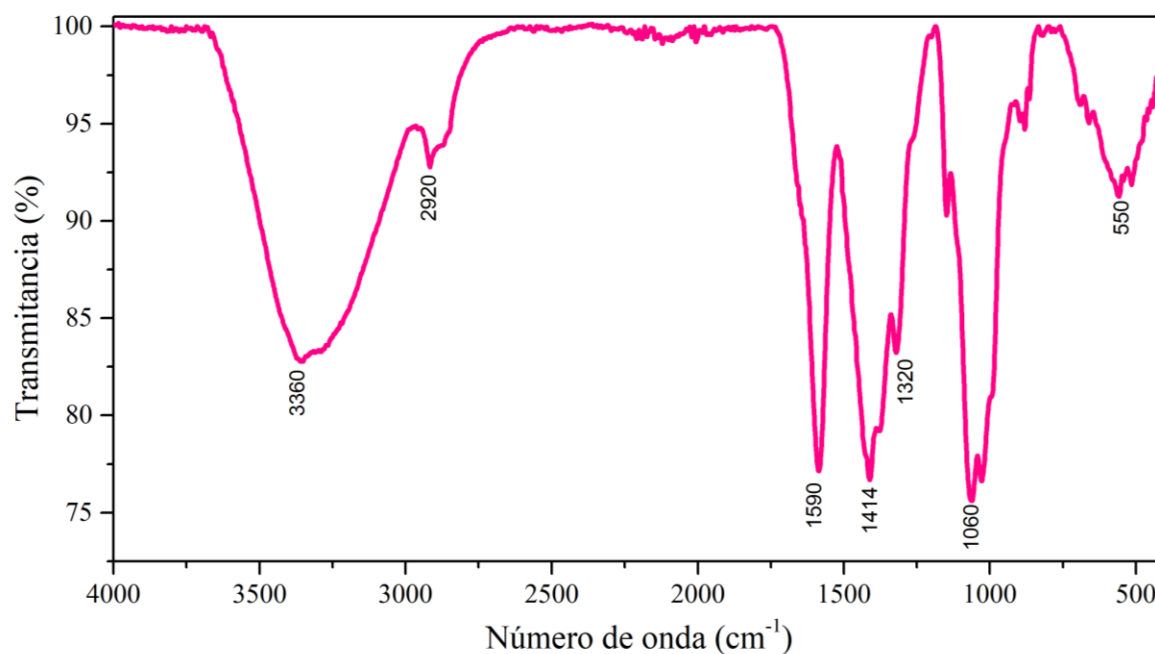
Se presenta en el Cuadro 6 el rendimiento práctico obtenido de la síntesis de carboximetilquitosano en peso final (mg) y porcentaje de producto obtenido a partir del quitosano inicial (%), este fue determinado haciendo uso de la Ecuación 2.

Cuadro 6. *Rendimiento de la síntesis de carboximetilquitosano.*

Cantidad de quitosano procesado (mg)	Cantidad de carboximetilquitosano obtenido (mg)	Rendimiento
1,500.6	1,151.7	76.75%

Figura 12. Espectro infrarrojo (IR) del carboximetilquitosano.

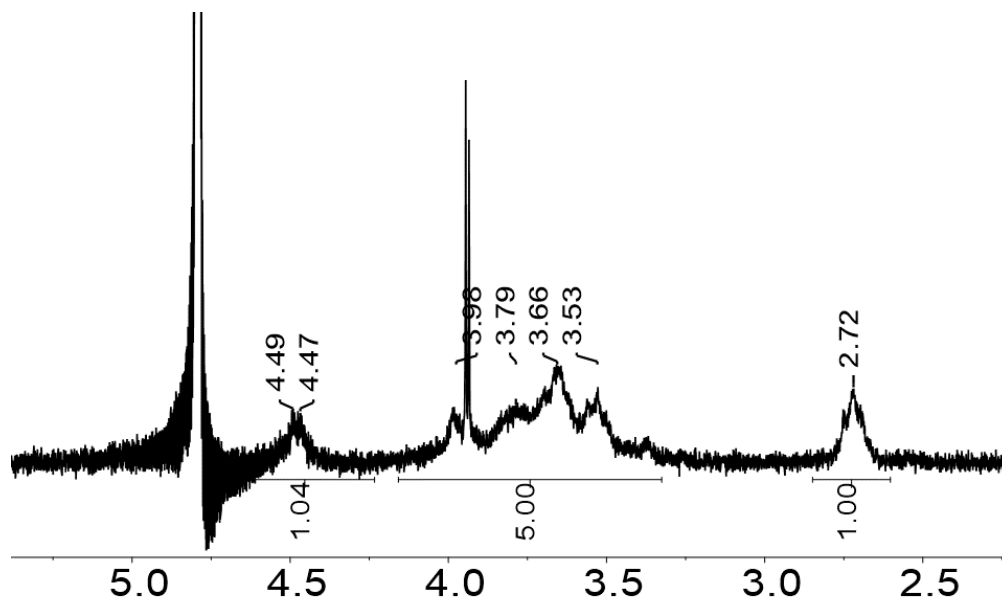
Se presenta el espectro infrarrojo del carboximetilquitosano, donde se identifican los picos de los grupos funcionales más importantes.



El pico a 3360 cm^{-1} corresponde a la vibración del grupo hidroxilo (-OH). El pico en 2920 cm^{-1} corresponde al estiramiento de enlaces C-H de los grupos metilo y metileno de la estructura. El pico en 1590 cm^{-1} corresponde al estiramiento característico del grupo carbonilo (C=O), sin embargo, esta región representa un carbonilo ionizado en este caso un ion de sodio; también puede representar la presencia de aminas libres, pero es indistinguible. Los picos presentes en las longitudes 1414 cm^{-1} y 1320 cm^{-1} indican la presencia de enlaces C-N y C-O, lo cual es característico de moléculas cuya composición contempla aminas. El pico en 1060 cm^{-1} es característico de grupos C-O-C que forman parte del esqueleto central de la molécula.

Se presenta en la Figura 13 el espectro RMN obtenido de carboximetilquitosano en solución de D_2O . Se pueden observar los picos en la región 4.49-4.47 ppm, que representan el enlace $O-CH_2COOD$ de O-carboximetilquitosano, ya que son la resonancia de los protones en la sustitución.

Figura 13. Espectro RMN de carboximetilquitosano



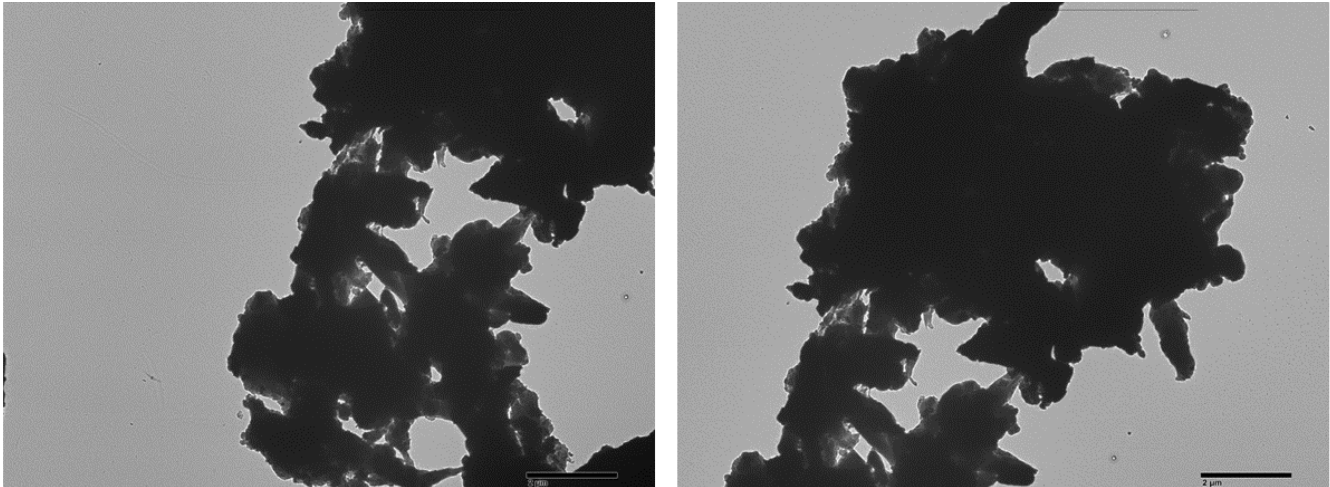
Los picos de 3.96, 3.79 y 3.66 ppm representan los protones resonantes dentro del anillo de glucosamina que conforma el esqueleto de la molécula. El pico de 3.53 ppm representa la señal de resonancia del grupo $N-CH_2COOD$, lo que representa la adición del grupo carboximetil en la amina del quitosano. Por último, el pico en 2.72 ppm representa protones del grupo acetil presente en el quitosano base.

C. Resultados de síntesis de nanopartículas magnéticas

Se llevó a cabo el análisis por microscopía de transmisión electrónica (TEM) para analizar la morfología de las nanopartículas de $S-CMCNa@Fe_3O_4$ sintetizada en las pruebas de síntesis de 1 a 3, las cuales son presentadas en orden en las Figuras 15, 16 y 17, a fin de evaluar su tamaño, su forma y su uniformidad y llevar a cabo su comparación con Fe_3O_4 puro, para estudiar la influencia del polímero en los resultados finales de morfología.

Se presenta una imagen TEM obtenida de las nanopartículas de Fe_3O_4 en la Figura 14.

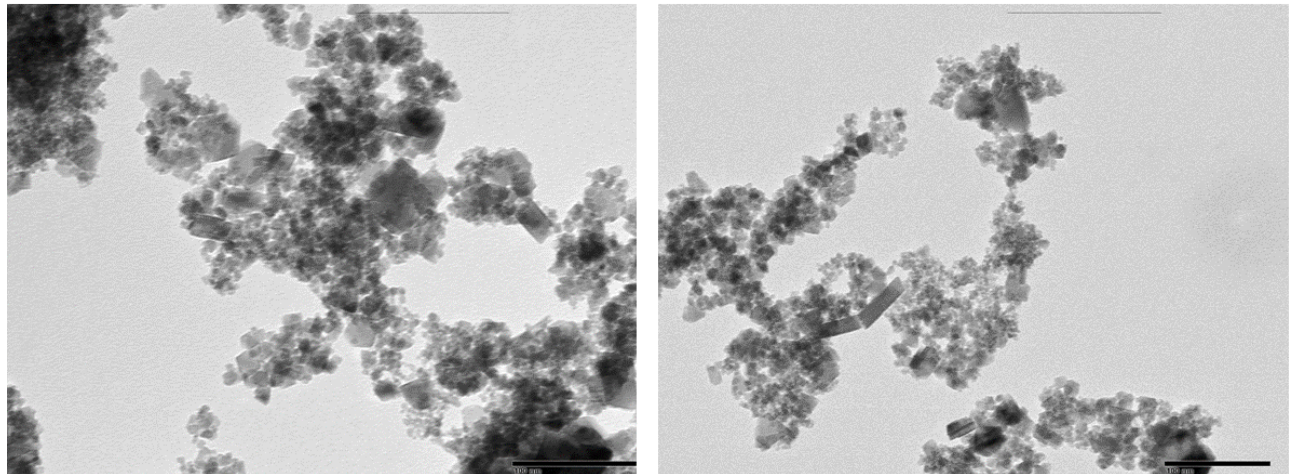
Figura 14. Imagen TEM obtenida de Fe_3O_4 .



El aumento de la imagen es a 2 μm . Se observa un alto contraste entre el Fe_3O_4 y el fondo, dado a la densa naturaleza de este material. Se observa que, por medio del tratamiento de síntesis llevado a cabo, se obtiene una magnetita de aspecto irregular, sin confinamiento de forma y agrupada en baches de gran tamaño.

Se presenta una imagen TEM obtenida de las nanopartículas de $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$ obtenidas bajo las condiciones especificadas para la prueba 1 de síntesis en la figura 15.

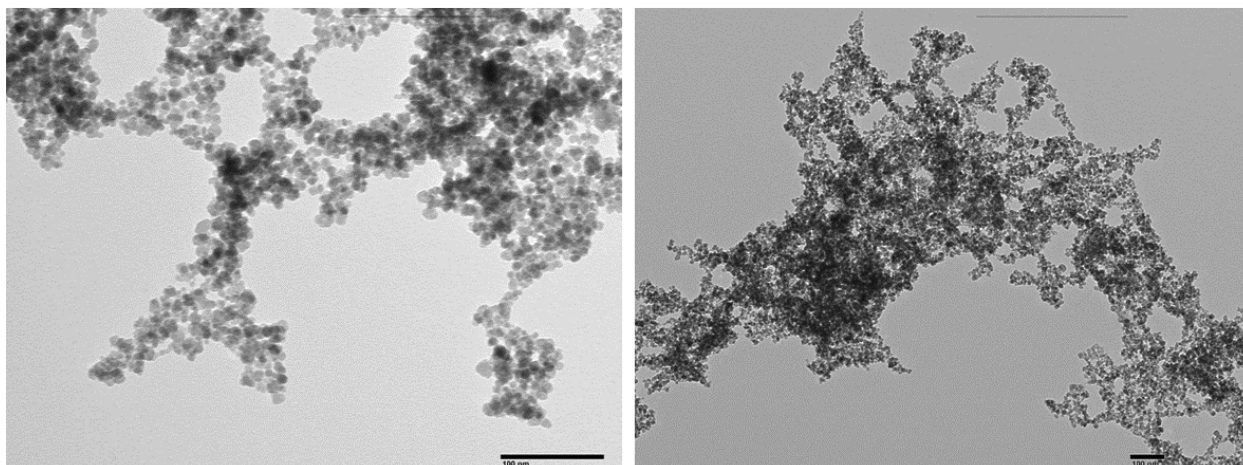
Figura 15. Imagen TEM obtenida de $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$ sintetizadas en prueba 1.



El aumento de la imagen es a 100 nm; no se obtuvieron imágenes a mayores resoluciones, debido a que la distorsión de la imagen aumentaba a mayor aumento, esto atribuido a la alta cantidad de magnetita presente. Se puede observar que las nanopartículas sintetizadas a estas condiciones cuentan con una forma irregular, contando algunas con forma esférica y otras con forma semi-rectangular y de mayor tamaño. Se observan regiones con mayor contraste, lo que indica la presencia de magnetita pura, sin recubrir, y regiones de contraste bajo, que son causadas por la presencia de mayor material orgánico.

Se presenta una imagen TEM obtenida de las nanopartículas de S-CMCNa@Fe₃O₄ obtenidas bajo las condiciones especificadas para la prueba 2 de síntesis en la Figura 16.

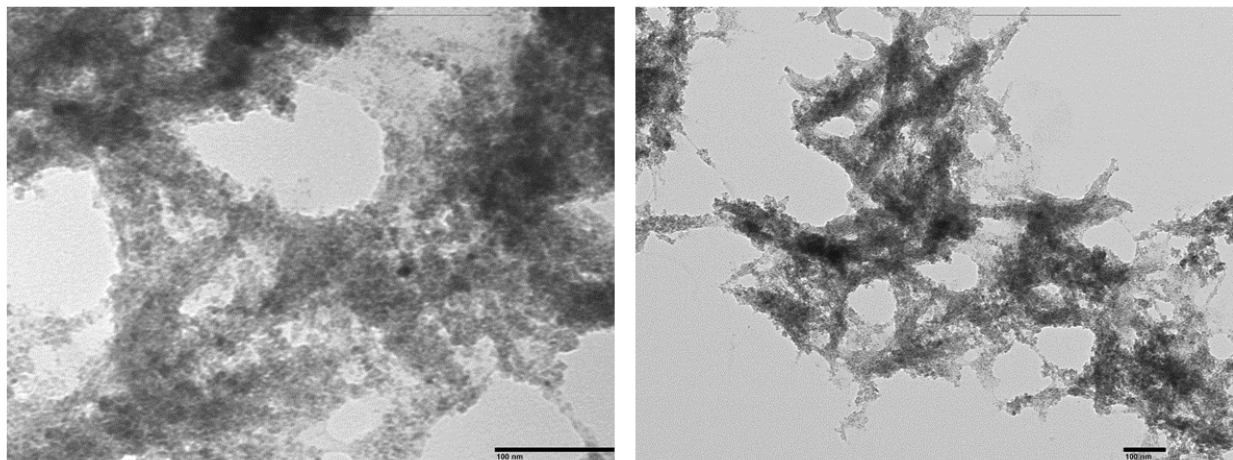
Figura 16. Imagen TEM obtenida de S-CMCNa@Fe₃O₄ sintetizadas en prueba 2.



El aumento de la imagen es a 100 nm. En la imagen se encuentran zonas de alto contraste, evidenciado en la imagen derecha, causadas por el agrupamiento de una gran cantidad de nanopartículas. En zonas de bajo contraste pueden observarse nanopartículas más libres, como se observa en la imagen de la izquierda, que permiten observar que las nanopartículas sintetizadas a estas condiciones cuentan con una forma esférica consistente. Se puede observar también que en ambas imágenes las nanopartículas son bastante homogéneas en cuanto a su forma.

Se presenta una imagen TEM obtenida de las nanopartículas de S-CMCNa@Fe₃O₄ obtenidas bajo las condiciones especificadas para la prueba 3 de síntesis en la Figura 17.

Figura 17. Imagen TEM obtenida de S-CMCNa@Fe₃O₄ sintetizada en prueba 3.

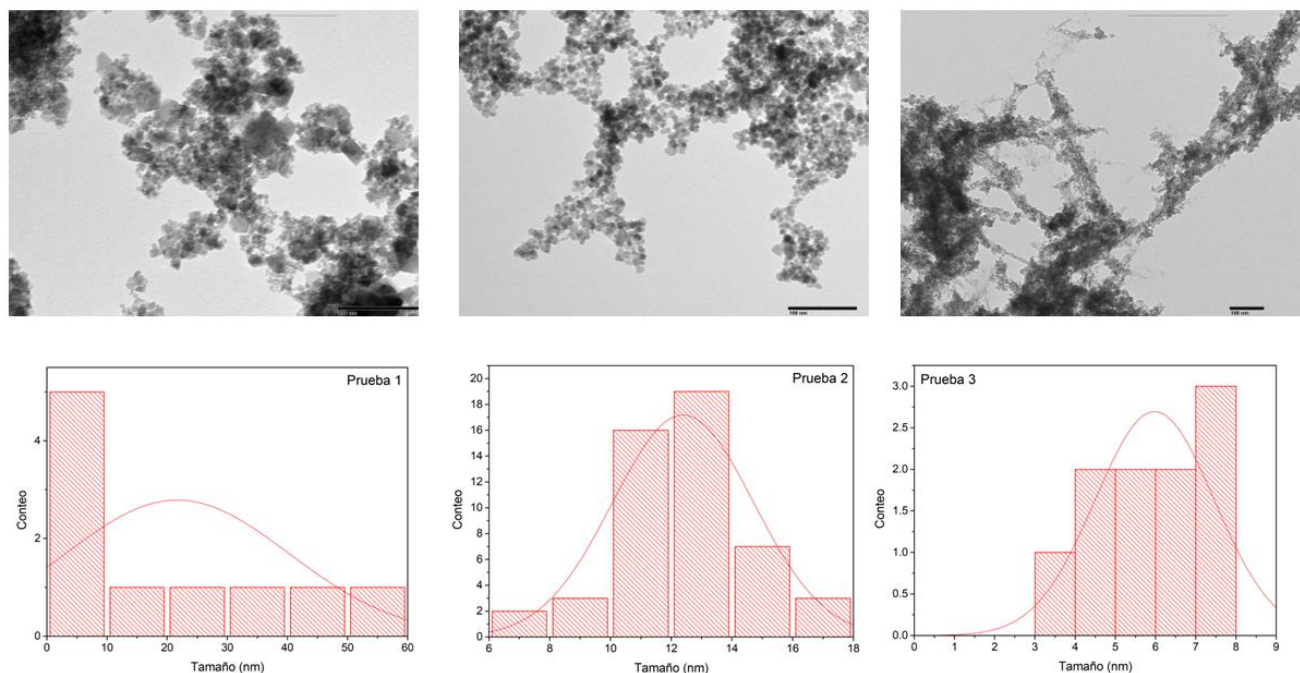


El aumento de la imagen es a 100 nm. A las condiciones específicas de esta prueba puede observarse la formación de un tipo de red polimérica formada por el aumento de la cantidad de carboximetilquitosano reaccionado con magnetita, esta red es de bajo contraste, lo que confirma que se encuentra compuesta por la parte orgánica de la síntesis.

Se observan secciones de forma esférica de mayor contraste aglomeradas dentro de la red, lo que indica la presencia de Fe₃O₄ encapsulada. Estas esferas son de tamaño considerablemente menor a las obtenidas en las pruebas 1 y 2, y parecen no distribuirse homogéneamente alrededor de toda la red.

Se puede observar en la Figura 18 el histograma de distribución del conteo de tamaño de partícula para cada tratamiento de síntesis realizado de S-CMCNa@Fe₃O₄.

Figura 18. Histogramas de la distribución de tamaño de partícula para cada tratamiento de síntesis de S–CMCNa@Fe₃O₄



De izquierda a derecha en la Figura 18: 1) Imagen TEM de nanopartículas de prueba 1 y respectivo histograma. 2) Imagen TEM de nanopartículas de prueba 2 y respectivo histograma. 3) Imagen TEM de nanopartículas de prueba 3 y respectivo histograma.

Se puede observar que las pruebas 1 y 3 cuentan con tamaños de partícula menores a los 10 nm, donde en la prueba 1 la mayoría parecen estar entre 1 y 10 nm con algunas partículas de tamaños mayores, de 10 a 60 nm; mientras que, en la prueba 3, el tamaño de partícula ronda entre los 3 y 8 nm. La media de tamaño para la prueba 1, como es indicado en el Cuadro 7, es de 21.6837 nm y para la prueba 3 es de 5.9766 nm. El análisis de distribución normal para la prueba 1 indica que la desviación estándar para esta es de 18.6152 nm, lo cual es por ende nos indica que no pueden considerarse los datos como representativos para la muestra por la alta variación. Para la prueba 3 el valor de la desviación es de 1.4805 nm, donde podría considerarse como normal, pero cabe indicar que el conteo de la prueba 1 y 3 suma, para cada prueba, únicamente 10 nanopartículas para ambas, esto debido a la dificultad para la lectura debido a la distribución no homogénea de las mismas observada en el TEM representativo de cada una.

Para el caso de la prueba 2, se puede observar una distribución más homogénea en el TEM obtenido, lo que permitió el conteo de 50 nanopartículas para evaluación. El tamaño de las nanopartículas se encuentra más concentrada, hallándose entre los 6 y 18 nm, con una media de tamaño de 12.3890 nm, y una desviación estándar de 2.3214 nm, lo que indica una mayor uniformidad en el tamaño de partícula, y al ser un conteo mayor, se considera más significativo. Las nanopartículas de esta prueba presentan características deseables en morfología para la aplicación buscada, por lo que el resto de los análisis de caracterización fueron llevados a cabo utilizando únicamente estas.

Cuadro 7. Datos estadísticos del análisis de distribución normal para pruebas de síntesis de S-CMCNa@Fe₃O₄

Prueba	Conteo	Media	Desviación estándar
Prueba 1	10	21.6837	18.6152
Prueba 2	50	12.3890	2.3214
Prueba 3	10	5.9766	1.4805

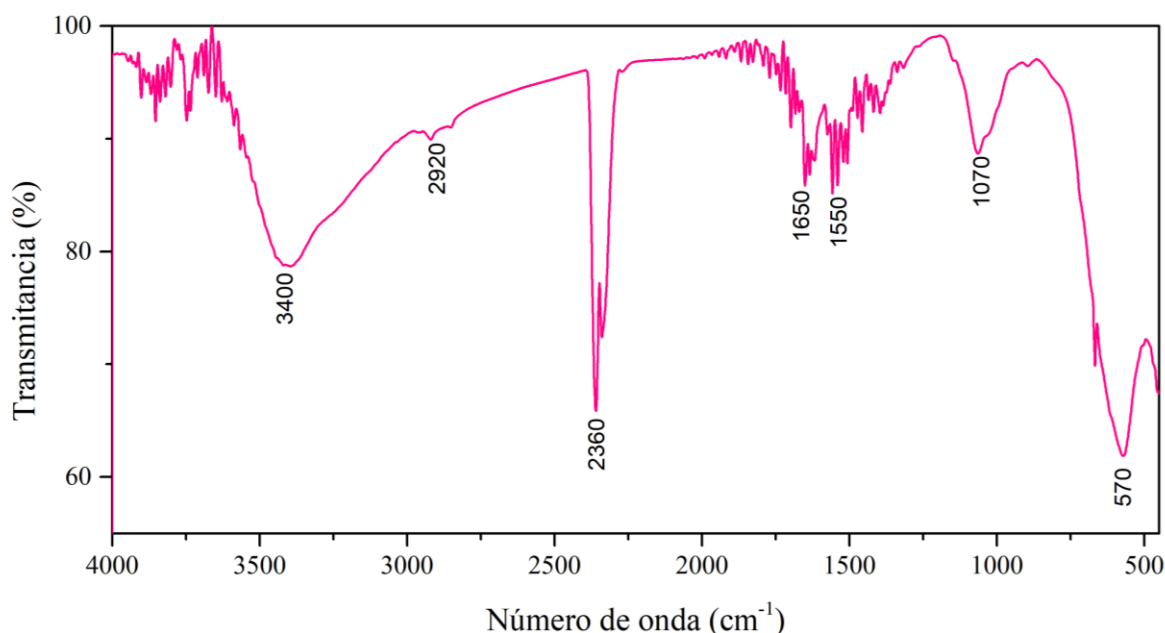
Se presenta en el Cuadro 8 el rendimiento práctico obtenido de la síntesis de S-CMCNa@Fe₃O₄ en peso final (mg) y porcentaje de producto obtenido a partir del quitosano inicial (%).

Cuadro 8. Rendimiento de S-CMCNa@Fe₃O₄ obtenido de prueba 2.

Masa total de reactivos utilizados (mg)	Masa de S-CMCNa@Fe ₃ O ₄ obtenido (mg)	Rendimiento
4,655.0	1,403.4	30.13 %

Se llevó a cabo un análisis por espectrofotometría de infrarrojo de las nanopartículas de S-CMCNa@Fe₃O₄ seleccionadas por morfología para evaluar los grupos funcionales presentes en el nanocompuesto y analizar si contiene los grupos esperados para la continuación de su análisis elemental de superficie por XPS a fin de elucidar mejor la distribución tridimensional del nanocompuesto. Se puede observar el espectro de infrarrojo en la Figura 19 a continuación.

Figura 19. Espectro IR de $S\text{-CMCNa}@Fe_3O_4$ obtenido.

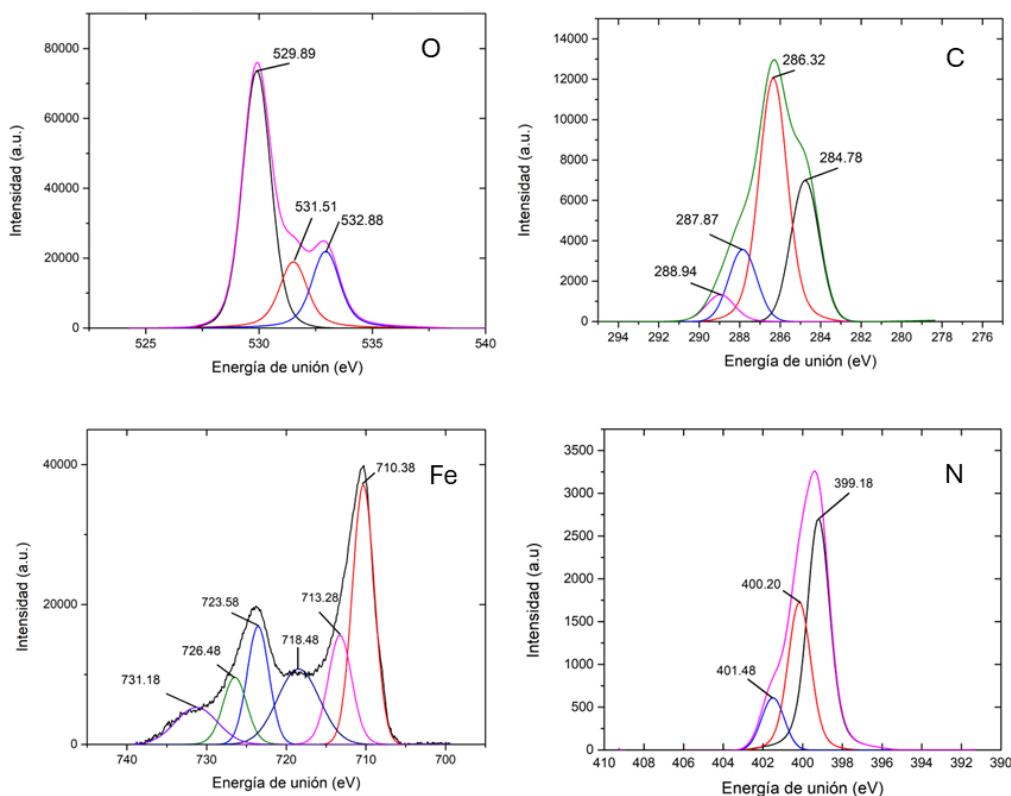


Se puede observar una banda ancha alrededor de los 3400 cm^{-1} , la cual corresponde a las vibraciones de estiramiento de los enlaces O-H. Los dos picos alrededor de los 2920 cm^{-1} corresponden a la presencia de enlaces C-H en la estructura. Las bandas alrededor de los 1650 cm^{-1} indican la presencia de grupos carbonilo, C=O. La banda distorsionada alrededor de 1550 cm^{-1} es atribuida al enlace N-H con. La banda en 1070 cm^{-1} es atribuida a las vibraciones del enlace C-O-C. Y el pico pronunciado en 570 cm^{-1} es característico del enlace Fe-O, lo que sugiere la incorporación híbrida del polímero orgánico con enlaces inorgánicos de Fe-O.

El pico pronunciado en los 2360 cm^{-1} es característico del dióxido de carbono, en este caso el laboratorio indicó que el ambiente bajo el cual se encuentra el FTIR utilizado para la medición contiene un gran porcentaje de dióxido de carbono, por lo que no es considerado para el análisis del nanocompuesto.

Se llevó a cabo un estudio XPS para poder evaluar la composición elemental del nanocompuesto obtenido, determinando así los tipos de enlace presentes en la muestra y su estado electrónico para comprender como se encuentra organizada la estructura de $S\text{-CMCNa}@Fe_3O_4$, se puede observar los espectros obtenidos la Figura 20.

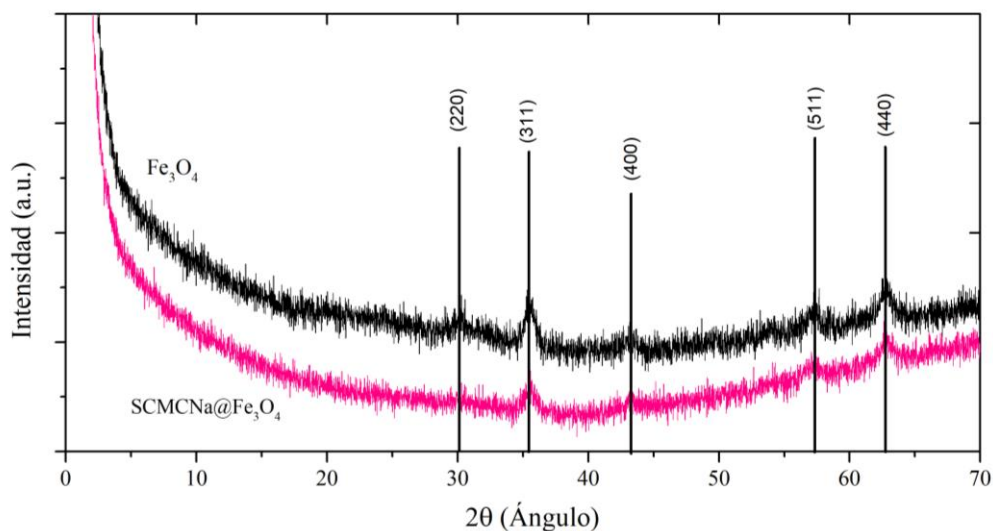
Figura 20. Espectros XPS obtenidos de la muestra de $S\text{-CMCNa}@Fe_3O_4$.



Se presenta la detección de 4 elementos principales en la composición O, C, Fe y N. Para el caso del oxígeno (esquina superior izquierda) se observan picos con una energía de unión de 529.89 eV asignado a enlaces Fe-O, 531.51 eV asignado a O-H y 532.88 eV que es asignado a C-O. En el caso del carbono (esquina superior derecha) se observan picos en 288.94 eV asignado a enlaces O=C-O, 287.87 eV asignado a enlaces C=O, 286.32 eV asignado a enlaces C-O y 284.78 eV para enlaces C-C/C-H. Para el hierro se detectaron los picos de Fe característicos de Fe_3O_4 , dividiéndose en picos de Fe^{+2} en 710.38 eV, 723.58 eV y 718.48 eV y en picos de Fe^{+3} en 713.28 eV, 726.48 eV y 731.18 eV. Por último, para el nitrógeno (esquina inferior derecha) se asignaron los picos de 401.48 eV a nitrógeno oxidado o enlace N-O, 400.2 eV para enlaces de N en cadenas poliméricas y el pico de 399.18 eV asignado a enlaces N-H (Koo, et al., 2020; NIST, s.f.).

Se llevó a cabo un análisis por difracción de rayos X (XRD) para determinar la estructura cristalina de la nanopartícula sintetizada, y ver el efecto del polímero sobre la misma comparada con la estructura de Fe_3O_4 puro, en la Figura 21.

Figura 21. Difractogramas de rayos X (XRD) de Fe_3O_4 y muestra de $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$

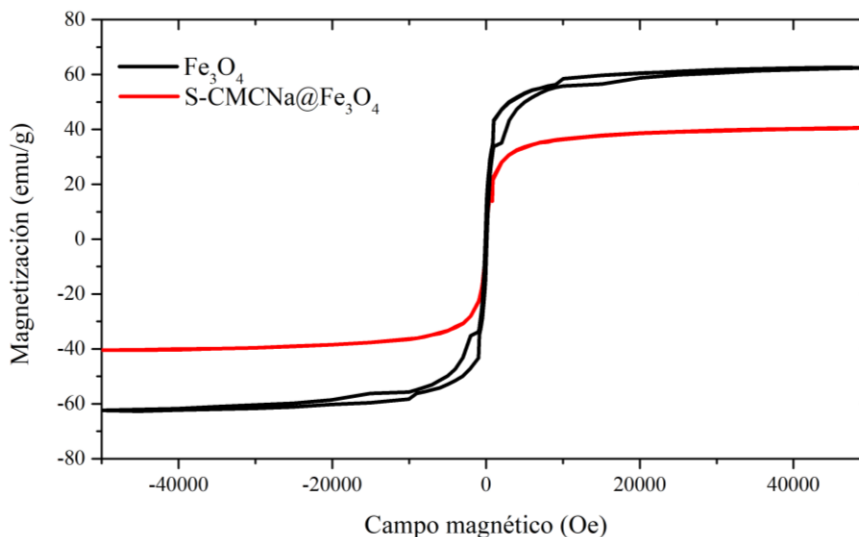


Se presenta el difractograma de rayos X de las muestras de Fe_3O_4 y de las nanopartículas de $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$. Los picos característicos de Fe_3O_4 (línea negra) pueden ser observados en los ángulos 30.4° , 35.4° , 42.9° , 57.1° y 62.82° que coinciden en ambas muestras, estos ángulos fueron comparados con el patrón estándar de XRD para Fe_3O_4 (JCPDS no. 01-075-1609).

A continuación, se evaluó el comportamiento magnético de las nanopartículas de $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$ para entendimiento de su funcionamiento.

Se presenta la curva de histéresis del Fe_3O_4 y $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$ donde se evidencia una reducción significativa en la magnetización de saturación de las nanopartículas (curva roja) en comparación al Fe_3O_4 puro (curva negra), en la Figura 22 a continuación.

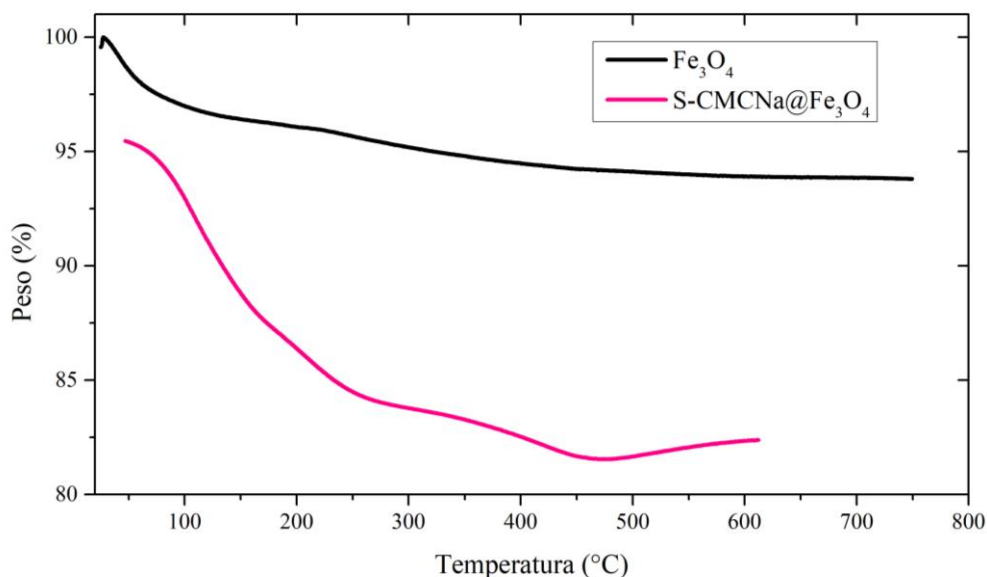
Figura 22. Curvas de histéresis para Fe_3O_4 y muestra de $\text{S-CMCNa@Fe}_3\text{O}_4$



Se puede observar que la saturación de magnetización es de 40.60 emu/g y 62.46 emu/g respectivamente para ambas curvas. La curva de histéresis cerrada es característico para nanopartículas que presentan un comportamiento paramagnético, siendo la coercitividad y magnetización remanente muy cercana a 0.

En el caso del análisis termogravimétrico (TGA) en la Figura 23, este se utilizó para determinar la estabilidad térmica y la pérdida de peso a diversas temperaturas de las nanopartículas S-CMCNa@Fe₃O₄ en comparación con la magnetita pura.

Figura 23. Termogramas de análisis termogravimétrico (TGA) de Fe₃O₄ y muestra de S-CMCNa@Fe₃O₄



En la Figura 23, se presenta el termograma de Fe₃O₄ (línea negra) y el nanocompuesto S-CMCNa@Fe₃O₄ (línea roja), donde se evidencia una clara diferencia en la pérdida de peso de ambas muestras como resultado de someter ambas muestras a un incremento en la temperatura del medio.

En esta figura se evidencia una pérdida de peso ínfima para Fe₃O₄ el cual se determina que únicamente tiene una pérdida del 6.13%, caso contrario al de las nanopartículas, donde estas últimas presentan una pérdida de peso considerable en el rango de 50 – 250°C en 4 eventos identificables como consecuencia de la naturaleza orgánica del recubrimiento del nanocompuesto, la cual es en total una pérdida de 18.52%.

La razón de cada evento de pérdida de peso en el termograma presentado en la Figura 23 para el nanocompuesto S-CMCNa@Fe₃O₄ se presenta en el Cuadro 9.

Cuadro 9. *Datos de pérdida de peso obtenidos de TGA de Fe₃O₄ y S-CMCNa@Fe₃O₄.*

No. De evento	Razón	Temperatura (°C)	Pérdida de peso (%)
1	Evaporación de agua	76.58	94.23
2	Oxidación de grupos amino-hidroxilo	158.07	88.47
3	Descarboximetilación, oxidación de aminas y rompimiento de enlaces glicosídicos	260.31	84.27
4	Descomposición de cadena polimérica.	471.57	81.48

VIII. Discusión de resultados

El objetivo de esta investigación fue llevar a cabo la síntesis de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano a partir de quitosano extraído de desechos de camarón de la especie *Litopennaeus vannamei*, y realizar una caracterización exhaustiva mediante el uso de técnicas espectroscópicas y análisis fisicoquímico, a fin de evaluar la estructura de las nanopartículas, para determinar su viabilidad como adsorbentes para el tratamiento de aguas contaminadas, explorando su potencial como agentes de descontaminación.

El proceso inició con la extracción de quitosano del desecho de cáscaras de camarón, utilizando como base una metodología de síntesis asistida por microondas basada en el trabajo de Contreras (2022). Este protocolo incluyó las etapas de desproteínización, desmineralización y decoloración, sin embargo, se encontraron dificultades con el procedimiento propuesto para la deacetilación de la quitina y la obtención final de quitosano. Como se observa en la Figura 10, el espectro obtenido no mostró la conversión exitosa a quitosano, ya que faltaba el característico pico en la región de 1590 cm^{-1} indicativo de la amina primaria característica en el quitosano que representa la desacetilación pero sí puede observarse en 1550 cm^{-1} , que representa al grupo amida. Tras intentos fallidos con la obtención del mismo resultado, se modificó el procedimiento, basándose en las recomendaciones brindadas por Novikov et al. (2023), reemplazando el tratamiento por microondas con un proceso térmico prolongado en una solución de NaOH concentrado, lo que permitió una mejor desacetilación.

La modificación consistió en reducir la concentración de NaOH inicial de 50% a una concentración al 40% mediante la adición de agua a la mitad de la reacción; esto debido a que, de acuerdo con Novikov et al. (2023), durante la reacción de deacetilación en un tratamiento alcalino heterogéneo hay una limitación en la cinética de reacción causado por la formación de un ion cuasi-estable de quitosano con la amida liberada, lo cual crea un obstáculo electrostático que no permite al hidróxido continuar el ataque al quitosano y proseguir la reacción. Sin embargo, el ion es destruido gracias al agua. En este caso se decidió añadir de forma arbitraria suficiente agua para reducir la concentración únicamente en un 10% ya que, gracias al mecanismo propuesto por Novikov et al. (2023), se dedujo que esta modificación permitiría obtener quitosano de un alto grado de deacetilación. Se corrobora esta suposición al obtener un espectro infrarrojo que confirma la estructura esperada (Figura 11); se observa la aparición de un pico en la región de 1593 cm^{-1} , el cual es asociado con la aparición de la amina libre, así como la ampliación en la región de 3400 cm^{-1} que representa el conjunto de enlaces -OH y -NH, confirmando la obtención de quitosano de camarón, con un rendimiento de reacción de 76.75%.

La carboximetilación del quitosano se llevó a cabo para obtener predominantemente O-carboximetilquitosano ya que, según Cuadra (2017), este tipo de sustitución permite que las aminas libres actúen como sitios de unión para la magnetita en la síntesis consiguiente de nanopartículas. Para el desarrollo de la preparación de las muestras, se utilizó como base el procedimiento planteado por Chen y Park (2003), donde la producción de carboximetilquitosano se realiza a partir del quitosano obtenido del camarón de interés, en este caso específico, del *Litopennaeus vannamei*. Se puede observar en el espectro infrarrojo resultante (Figura 12) un pico fuerte en la región

de 1590 cm^{-1} , indicativo de la presencia de grupos carboxilo ionizados, en este caso, una sal de sodio de carboximetilquitosano. Debido a la superposición de regiones con el pico del carbonilo, no fue posible confirmar la presencia de aminas libres por medio de infrarrojo, por lo que se llevó a cabo un análisis por (H)RMN (Figura 13) con el cual fue posible evidenciar picos en la región de 4.50 a 4.40 ppm; estos son característicos de la sustitución en -OH para la obtención de O-carboximetilquitosano, pero también en la región de 3.53 ppm, los cuales son característicos de la resonancia de protón del grupo $\text{N-CH}_2\text{-COOD}$. Esto, según referencia de Muzzarelli et al. (1994), nos permite evidenciar la formación de una sal de sodio de N,O-carboximetilquitosano. Debido a limitaciones de tiempo, se optó por continuar con este producto para la síntesis de nanopartículas ya que convertirlo en una sal de sodio solamente implica una mejora en su solubilidad en agua; parece tener efectos significativos en otras interacciones contempladas en la síntesis, no obstante, se recomienda optimizar el proceso de carboximetilación en futuros estudios para maximizar la obtención de O-carboximetilquitosano.

A continuación, se realizó la síntesis del nanocompuesto híbrido de magnetita y carboximetilquitosano ($\text{SCMCNa@Fe}_3\text{O}_4$) utilizando el método de coprecipitación propuesto por Cuadra et al (2020). En esta fase se decidió incluir tres pruebas con variaciones en las proporciones de magnetita y carboximetilquitosano, a fin de analizar cómo la variación de este parámetro afectaba la formación de las nanopartículas. Las características morfológicas de los nanocompuestos se analizaron mediante el uso de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y este parámetro fue el elegido para poder definir una única formulación óptima para las necesidades de este estudio, a fin de los recursos brindados por el laboratorio de la Universidad de Valencia.

En la primera prueba realizada se emplearon mayores cantidades de los compuestos de hierro, y, como puede observarse en la imagen TEM obtenida (Figura 15) se obtuvieron nanopartículas con morfología y tamaño heterogéneos. En este método, se presentaron partículas de forma cuasi-esféricas y algunas incluso poligonales, esta diferencia morfológica sugiere una distribución irregular de la magnetita. Como se observa en la Figura 14, la magnetita presenta un contraste alto a bajas magnificaciones de imagen, en el caso de la prueba 1 se identifican también regiones de alto contraste en las imágenes, las cuales se asume son indicativas de aglomeraciones de magnetita pura sin recubrir junto con los nanocompuestos que se obtuvieron; estas áreas de alta densidad ocasionaron problemas para la captura de imágenes de mayor resolución debido a las distorsiones en la transmisión electrónica que confirman la presencia de aglomerados de magnetita sin recubrir. La distribución de tamaño en esta prueba varió ampliamente, con un promedio de 21.7 nm, pero con un rango de tamaño de 1 a 60 nm, y una desviación estándar de 18.61 nm, que confirma la alta heterogeneidad en las estructuras, por lo que se decidió descartar esta síntesis.

En la tercera prueba se utilizó una mayor cantidad de carboximetilquitosano en relación con la magnetita, lo que promovió la formación de una red polimérica del orgánico que encapsula a la magnetita y limita su crecimiento. Esto se asume de lo que se observa en la Figura 17 el análisis TEM, donde se puede identificar una estructura de forma irregular cuyo fondo cuenta con un bajo contraste, lo que evidencia la parte orgánica; dentro de esta estructura se puede identificar la magnetita encapsulada, que son los diversos puntos que se encuentran dispersos entre la matriz

evidenciada por ser áreas de alto contraste. Además, se observa que estas regiones pueden ser individuales, pero la mayor parte se encuentra conjunta en varios aglomerados. Se analizaron pequeñas regiones de puntos individuales para la medición del tamaño de partícula, se identificaron nanopartículas de magnetita con tamaño de entre 1 nm y 10 nm, con un promedio de 5.97 nm y una desviación de 1.48 nm, como se observa en el cuadro 7. Si bien parece ser que esta formulación permite la síntesis de nanopartículas más pequeñas, el conteo para los datos estadísticos es muy bajo para ser datos representativos. Esto debido a la dificultad para identificar secciones de nanopartícula no aglomeradas para realizar la medición, además, se considera que la morfología de esta nanopartícula, al contar con una red polimérica irregular bastante grande a su alrededor, impide su movilidad y dificulta la caracterización. De acuerdo con Akinsipo et al. (2016), es esencial que el nanocompuesto presente una morfología esférica bien definida para poder ser útil para aplicaciones de adsorción, lo que no se observó en esta prueba, por lo que se decidió descartar esta síntesis.

Por último, en la segunda prueba, se incrementó la proporción de carboximetilquitosano y se redujo la cantidad de cloruro y sulfato de hierro, pero manteniendo los compuestos de hierro en mayor proporción que la matriz orgánica, siguiendo recomendaciones de concentración brindadas por Aguilera et al. (2019). La imagen TEM obtenida (Figura 16) muestra que el nanocompuesto sintetizado posee una morfología esférica bastante definida y distribuida de manera más homogénea alrededor de toda la muestra, aunque aún se observa cierta aglomeración, evidenciado en las regiones de mayor contraste visibles. Sin embargo, en áreas donde las nanopartículas se encuentran más dispersas, se puede apreciar mejor la homogeneidad en términos de tamaño y forma, tal y como se observa en la imagen izquierda de la figura. Según el Cuadro 7, el tamaño promedio de estas nanopartículas es de 12.39 nm, con un rango de entre 6 y 18 nm, con una desviación estándar de 2.3 nm. Esto sugiere una baja variabilidad en los datos, pudiendo inferir que, tras analizar 50 nanopartículas, los datos obtenidos son representativos. Gracias a la homogeneidad de las partículas obtenidas, en conjunto con la morfología adecuada, se seleccionó este nanocompuesto para continuar con su caracterización, determinándose así una síntesis efectiva para la producción de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano obtenido del tratamiento de cáscaras de camarón. Se recomienda realizar pruebas adicionales para la optimización de la síntesis, buscando evaluar a mayor profundidad el efecto de interacción en las concentraciones de la matriz orgánica y la magnetita, para buscar una homogeneidad mayor, con una estructuración ordenada del nanocompuesto.

Se inició la caracterización del nanocompuesto con la realización de un análisis mediante espectroscopía de infrarrojo para identificar los grupos funcionales presentes y confirmar la unión entre la matriz orgánica del carboximetilquitosano y la magnetita. Como se muestra en la Figura 19, el espectro presenta una banda ancha alrededor de los 3400 cm^{-1} , atribuible a las vibraciones de estiramiento de grupos N-H y O-H, característicos del polímero junto con el pico en 1070 cm^{-1} que representa al enlace C-O-C interno. También se observa una serie de bandas en las regiones de 1650 y 1550 cm^{-1} , que corresponden al estiramiento de grupos carbonilo (C=O) y grupos C-N respectivamente, que confirman la presencia del grupo carboximetil. Por último, un pico fuerte en la región de 570 cm^{-1} identifica el enlace Fe-O, que indica la presencia de magnetita. Estos picos fueron comparados con espectros

resultantes de otras investigaciones, como los presentados por Charpentier et al. (2016) y Lofti et al. (2017), al obtener resultados similares, se permite validar la unión entre el carboximetilquitosano y Fe_3O_4 .

A continuación, se llevó a cabo un análisis por XPS para comprender a detalle los tipos de enlaces presentes en las nanopartículas de carboximetilquitosano y magnetita, fundamentales para evaluar los sitios potenciales para la adsorción de contaminantes del nanocompuesto, los espectros obtenidos pueden observarse en la Figura 20. Se pudo detectar la presencia de carbono, oxígeno, nitrógeno y hierro en la estructura, lo que confirma que dentro de las nanopartículas producidas se obtuvo la unión de la matriz orgánica con la magnetita. El detalle del análisis de cada elemento y su forma presente influye en la capacidad adsorbente de las nanopartículas, se presenta a continuación tomando como referencia la base de datos del Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST, 2024) e investigaciones de Daniyal et al. (2021); Pin-Chieh et al. (2015).

Primero, se detectó la presencia de hierro, específicamente de la especie Fe^{+2} evidenciado por los picos principales en 710.38 eV y 723.58 eV y su pico satélite en 718.48 eV; junto con la presencia de Fe^{+3} evidenciado por los picos en 713.28 y 726.48 eV con un pico satélite en 731.18 eV. Los picos satélites son causados por el estado de oxidación característico de los cationes de la especie de hierro presente (NIST, 2024), y esta configuración que presenta tanto Fe^{+2} y Fe^{+3} representa a la magnetita, y por consiguiente confirma su presencia como interactuante magnético dentro del nanocompuesto.

A continuación, se detectó la presencia de oxígeno, con picos en 529.989 eV, característicos del enlace Fe-O de magnetita, picos en 532.88 eV que representan a los enlaces C-O, C=O y C-O-C característicos de la estructura de carboximetilquitosano, y picos en 531.51 eV característicos de grupos hidroxilo (-OH). Además, se observó la detección de picos de nitrógeno en 399.18 eV, que representa grupos amino (-NH) presentes en el recubrimiento. La presencia de enlaces hidroxilo y amino muestra que el recubrimiento es capaz de adsorber contaminantes por medio de interacciones de tipo puente de hidrógeno, junto con la posibilidad de enlaces de coordinación entre los dos de cationes, como indicado por De Vargas Brião et al. (2020).

También se detectó la presencia de carbono, con picos en 286.32 y 284.78 eV asignados a los enlaces C-C y C-O-C, respectivamente, con la aparición del pico en 287.87 eV característico del grupo carboximetil al representar al enlace C=O y el enlace O-C=O en 288.94 eV que confirma que hubo grupos carboximetil que se integraron a un oxígeno. Esto, junto con la detección de nitrógeno y el enlace de N-C presente en 400.20 eV, representa la formación de N,O-carboximetilquitosano y el enlace en 401.48 eV del enlace N-O confirman su inclusión exitosa de la matriz de carboximetilquitosano con la magnetita en el nanocompuesto, confirmando una interacción similar a la presentada por Zou et al. (2012) para la formación de nanohíbridos de quitosano-magnetita en las nanopartículas de carboximetilquitosano-magnetita producidas. La presencia de los enlaces -OH, -NH, C=O evaluados en la superficie del nanocompuesto indican un alto potencial para ser utilizado como adsorbente de contaminantes, en mayor medida del tipo catiónico, como metales pesados y colorantes de este tipo, pero también con la posibilidad de aniones, como

surfactantes aniónicos y aniones de fármacos, debido a la presencia de enlaces que permiten interacciones moleculares apolares, lo que permite una interacción física y química que le permite actuar con diversos contaminantes en medios acuosos.

Se llevo a cabo también un análisis de difracción de rayos X (XRD) para examinar las propiedades estructurales del nanocompuesto. En la Figura 21 se observan los patrones de difracción obtenidos tanto para Fe_3O_4 sin recubrir como para el nanocompuesto $\text{SCMCNa}@Fe_3O_4$. Se puede ver como en ambos casos se identificaron cinco picos en los característicos ángulos 30.4° , 35.4° , 42.9° , 57.1° y 62.82° , los cuales corresponden con la estructura cristalina característica de la magnetita, y que corresponden a los planos (220), (311), (400), (511) y (440). Estos planos corresponden a la común estructura de espinela inversa característica de Fe_3O_4 comparable con el estándar de XRD, lo que indica que la preparación del nanocompuesto no altera la estructura original (JCPDS no. 01-075-1609); sin embargo, se puede observar que las señales del difractograma contienen alta cantidad de ruido. Según Chukhovskii, Konarev y Volkov (2022), este tipo de ruido observable en ambas estructuras se debe principalmente a que se cuenta con nanopartículas de un tamaño debajo de los 10 nanómetros y también por la inevitable oxidación parcial que ocurre naturalmente en preparados de Fe_3O_4 , lo que se ha observado en los análisis de TEM y XPS. Los picos en el difractograma obtenido del nanocompuesto $\text{SCMCNa}@Fe_3O_4$ (Figura 21) son visibles, pero cuentan con una reducción en su intensidad en comparación con Fe_3O_4 sin recubierta. Esta reducción en la intensidad se atribuye a la presencia de una capa de carboximetilquitosano que rodea a la magnetita, que se considera que se encuentra formando una estructura tipo *core-shell*, la cual disminuye la superficie expuesta de Fe_3O_4 , lo que atenúa la señal de difracción y confirma así la interacción Fe_3O_4 y la matriz orgánica.

La caracterización del comportamiento magnético del nanocompuesto por medio del análisis SQUID permitió analizar la influencia del recubrimiento de carboximetilquitosano sobre las propiedades magnéticas del Fe_3O_4 . A partir de las curvas de histéresis mostradas $\text{SCMCNa}@Fe_3O_4$ en la Figura 22, se observó que ambos compuestos, $\text{SCMCNa}@Fe_3O_4$ y Fe_3O_4 sin recubrimiento, exhiben un comportamiento paramagnético, dado que sus coercividades son cercanas a 0 y por consiguiente las curvas son cerradas. Esto sugiere que el nanocompuesto es fácilmente atraído por un campo magnético externo, y pierden este comportamiento al momento de retirar el campo. La saturación de magnetización disminuye de 62.45 emu/g para el Fe_3O_4 puro a 40.60 emu/g para el $\text{SCMCNa}@Fe_3O_4$, lo cual apoya la idea de la presencia del carboximetilquitosano como una capa que recubre la superficie de un centro magnético de Fe_3O_4 que por consiguiente reduce físicamente su interacción con el campo magnético, pero sin comprometer las propiedades paramagnéticas que se busca para la aplicación del nanohíbrido.

Por último, se llevó a cabo el análisis termogravimétrico de Fe_3O_4 y el nanocompuesto $\text{SCMCNa}@Fe_3O_4$ (Figura 23) para evaluar la estabilidad térmica y comportamiento en descomposición de las nanopartículas obtenidas, comparando con las nanopartículas de sin recubrimiento. En el termograma para se pueden observar cuatro eventos de descomposición, interpretados en base a estudios previos como los presentados por Lofti et al. (2017); Gómez-Pérez et al. (2020); Pin-Chieh et al. (2015) y presentados en el Cuadro 9.

El primer evento puede observarse en la región entre 50 y 76.58 °C, que muestra una pérdida de masa del 5.77%, atribuida a la evaporación de agua del polímero. El segundo, de 76.59 a 158.07 °C, con una reducción del peso al 88.47%, asociada con la oxidación de grupos hidroxilo y grupos amino de la matriz orgánica. El tercer evento, de 158.08 a 260.31 °C, representa una reducción al 84.27%, se considera que en este momento es cuando la matriz orgánica comienza a perder su integridad, se rompen los enlaces glucosídicos del esqueleto de la molécula y se pierden los grupos carboximetil agregados, además de la pérdida de óxidos nitrogenados provenientes de la oxidación de las aminas. Finalmente, el cuarto evento, de 260.32 a 471.57 °C, con pérdida de peso al 81.48%, considerando la completa descomposición de la cadena polimérica. A partir de esto se puede observar que la curva aumenta, lo que representa un aumento en la masa; según PerkinElmer (s.f.), la razón más común para esto, la cual se considera como la razón más plausible, es la ganancia de peso por oxidación. En este caso, la muestra ha adsorbido oxígeno durante el análisis, en este caso, luego de la pérdida de la recubierta; esto implica que el centro de Fe₃O₄ se oxida parcialmente por la adsorción de los oxígenos resultantes de la descomposición de la cadena polimérica, cosa que no ocurre en el caso de sin Fe₃O₄ recubrir. En total, el nanocompuesto presenta una pérdida de masa de 18.52%, mientras que, sin recubrimiento, muestra una pérdida de 6.13%. Estos resultados sugieren que las nanopartículas mantienen su integridad a temperaturas menores de 100 °C, lo afirma que es un material adecuado para uso en aplicaciones de remediación, como la de adsorción de contaminantes de agua, que no se descompondrá durante su uso.

Para finalizar, se determina que en esta investigación se logró llevar a cabo la síntesis y caracterización exitosa de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano, utilizando como materia prima quitosano extraído de las cáscaras de camarón de la especie *Litopenaeus vannamei*, para la evaluación de su viabilidad y potencial para ser utilizado como un adsorbente para la limpieza de aguas contaminadas. La caracterización exhaustiva de las nanopartículas, seleccionadas por medio de las diversas técnicas de análisis, confirmó la obtención de una estructura de tamaño promedio de 12 nm y morfología esférica del tipo *core-shell*, las cuales cuentan con grupos funcionales útiles, como enlaces hidroxilo, amino y carbonilo, que permiten la interacción por medio de enlaces de puente de hidrógeno y de puntos de coordinación, además de la capacidad de adsorber por medio de interacciones intermoleculares. Esto permite que las partículas funcionen como un adsorbente de contaminantes, principalmente atrayendo contaminantes con cargas positivas, como metales pesados o colorantes catiónicos; pero también se deriva a la posibilidad de atraer (aunque en menor medida) contaminantes con cargas negativas o aniónicos por causa de dichas fuerzas intermoleculares presentes (De Vargas Brião et al, 2020).

Todas estas características y propiedades evaluadas demuestran que es posible la producción de nanohíbridos compuestos de magnetita y carboximetilquitosano de desechos de camarón aplicables en procesos de remediación ambiental; este hallazgo propone que las partículas desarrolladas pueden ser consideradas como un material prometedor al ser accesibles, amigables con el ambiente y no tóxicas gracias a ser parte de producto de desecho. Esto reafirma que es plausible el aprovechamiento de las cáscaras para poder utilizarlos como agentes de limpieza de contaminantes de aguas, en el caso de esta investigación, aportando también valor al producto excedente de la industria camaronera y promoviendo un ciclo de producción innovador, sostenible y circular.

IX. Conclusiones

1. Se llevó a cabo la síntesis exitosa de nanopartículas de carboximetilquitosano partiendo de quitosano extraído de residuos de camarón de la especie *Litopenaeus vannamei*, con características morfológicas, estructurales y funcionales útiles para considerarse teóricamente viables para su uso como adsorbente de contaminantes en aguas, validando el enfoque sostenible de la investigación.
2. Se logró la optimización de la desacetilación de la quitina extraída de la cáscara de camarón mediante la realización de un tratamiento térmico a fin de mejorar la cinética de reacción por medio del ajuste en la concentración de NaOH con la adición de agua a la mitad del tiempo de reacción. El procedimiento planteado por Contreras (2022) permite la obtención de quitina por microondas, pero la desacetilación no es útil para la materia prima utilizada en este estudio. La modificación del procedimiento fue fundamental para obtener un quitosano de buena pureza y abundancia, lo cual se confirmó por el análisis infrarrojo realizado.
3. Se llevó a cabo de forma exitosa la síntesis de carboximetilquitosano a partir del quitosano extraído del camarón, evidenciado por el análisis infrarrojo y de resonancia magnética nuclear llevado a cabo. Se obtuvo específicamente N,O-carboximetilquitosano en su forma de sal de sodio, lo cual según sus propiedades puede ayudar a la solubilidad en agua; sin embargo, se considera que se deben estudiar mejor las condiciones de síntesis para evaluar la obtención de los diferentes tipos de carboximetilquitosano y su efecto en la producción y propiedades de las nanopartículas de interés.
4. Se logró identificar y caracterizar los grupos funcionales presentes en las nanopartículas de SCMCNa@Fe₃O₄ sintetizadas, además de confirmar la formación de estas por la integración de la matriz orgánica a la magnética en la estructura, evidenciado por la presencia de hierro en estados de oxidación +2 y +3, junto con la presencia de los enlaces N-O. La detección de enlaces de los grupos -OH, -NH, y C=O demuestran la presencia de diversos puntos de adsorción, permitiendo la interacción por medio de diversos métodos, como por puente de hidrógeno, enlaces de coordinación y por fuerzas físicas de interacción molecular, que le brindan la posibilidad de interactuar con diversos contaminantes, principalmente contaminantes de tipo catiónico, como metales pesados y cationes orgánicos, pero también de contaminantes aniónicos.
5. La caracterización llevada a cabo de las características fisicoquímicas de las nanopartículas de SCMCNa@Fe₃O₄ por medio del análisis SQUID y TGA demuestran que las nanopartículas cuentan con un comportamiento paramagnético, lo cual permite magnetizarlas con la incidencia de un campo externo, además de ser estables a temperaturas bajo los 100 grados Celsius. En ambas pruebas se pudo determinar que existe una capa de la matriz orgánica que rodea un centro de magnetita en un estilo de tipo *core-shell* debido a que su presencia demuestra un cambio en ambas propiedades. A pesar de que se demuestra una reducción en la magnetización y en la estabilidad térmica, mantiene las propiedades aptas para ser utilizadas en limpieza de aguas

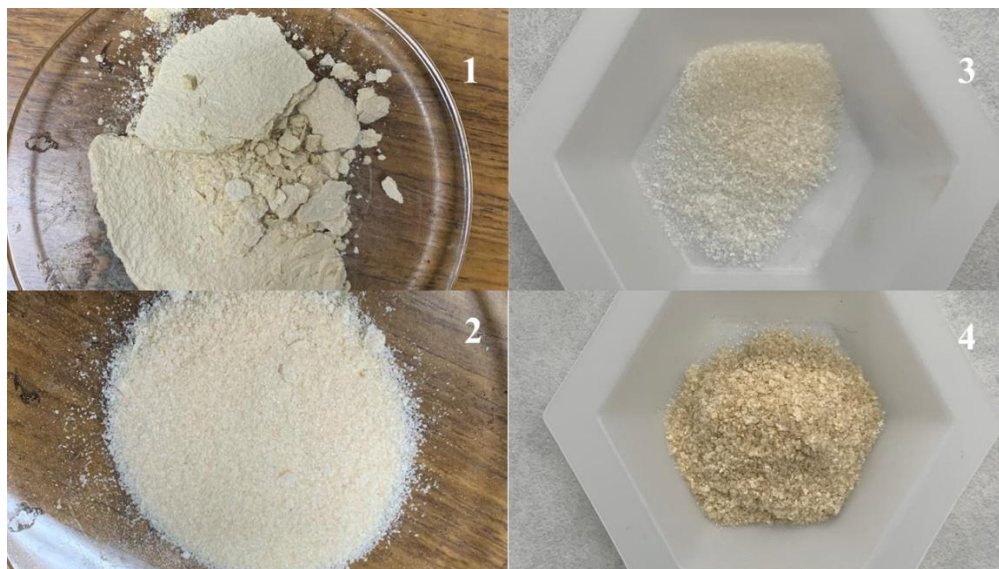
X. Recomendaciones

1. Para optimizar la carboximetilación del quitosano, se recomienda estudiar el proceso de síntesis de este para comprender las condiciones necesarias para la producción de los diversos tipos de carboximetilquitosano, además de evaluar sus efectos sobre la producción de las nanopartículas finales. Refinar este método permitirá un mejor control sobre la estructura de las nanopartículas a producir, además de incrementar su consistencia y funcionalidad, beneficiando su aplicabilidad.
2. Se sugiere realizar estudios adicionales para ajustar las proporciones de carboximetilquitosano y en la síntesis del nanohíbrido con tal de entender el efecto de la matriz orgánica sobre la encapsulación de Fe_3O_4 y su influencia en tamaño y forma de $\text{SCMCNa}@\text{Fe}_3\text{O}_4$. Optimizando las concentraciones puede mejorarse la homogeneidad y estabilidad, favoreciendo la producción de estructuras de forma esférica y tamaño uniforme para beneficiar sus propiedades.
3. Se recomienda evaluar la capacidad adsorbente del nanohíbrido *in vitro* e *in vivo* en presencia directa de contaminantes de diversas cargas a fin de comprender las interacciones con cada una en condiciones variadas. Esto permitirá comprender las interacciones bajo diversas condiciones para poder ajustar la formulación según se necesite, mejorando el rendimiento y capacidad para su uso en adsorción de diversos tipos de contaminantes en condiciones reales.

XI. Anexos

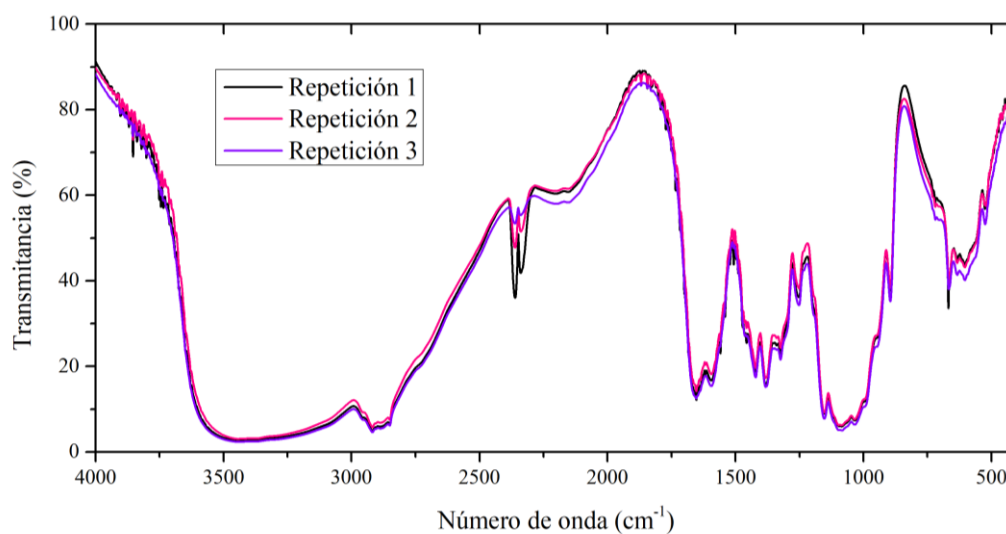
Se observa en la imagen del Figura 24 que en el cuadro 1 se encuentra el producto obtenido luego de desproteinizar, en el cuadro 2 el producto desmineralizado, en el cuadro 3 el producto decolorado, los tres pasos se llevaron a cabo por reacción en microondas, y por último en el cuadro 4 se observa el quitosano final obtenido del procedimiento modificado de tratamiento térmico.

Figura 24. Productos obtenidos de la extracción de quitina y producción de quitosano de camarón *Litopenaeus vannamei*.



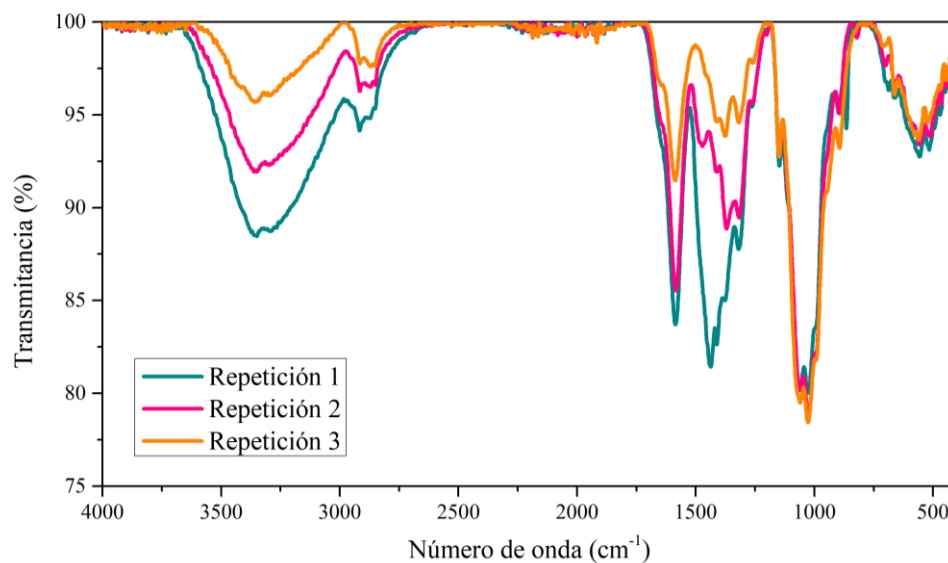
Se presenta en el Figura 25 el análisis del espectro de infrarrojo obtenido en triplicado para la obtención del grado de desacetilación del quitosano producido por tratamiento térmico.

Figura 25. Triplicado de medición realizada por espectroscopía de infrarrojo de quitosano sintetizado.



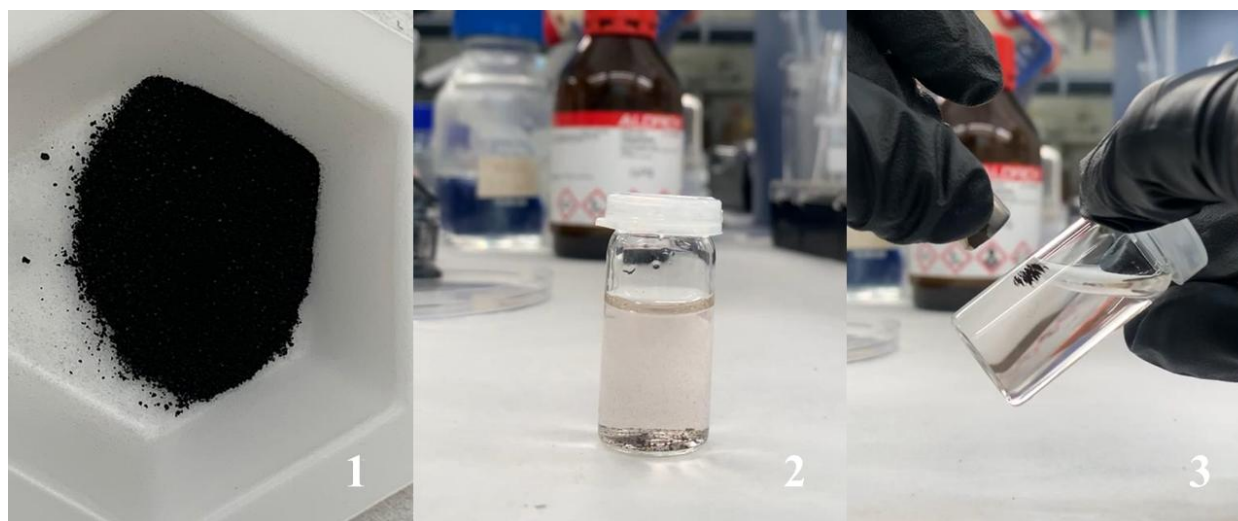
Se presenta en el Figura 26 el triplicado de medición por espectroscopía de infrarrojo de la obtención de carboximetilquitosano sal de sodio para asegurar la veracidad del procedimiento para la producción de este compuesto del quitosano obtenido de *Litopenaeus vannamei*.

Figura 26. Triplicado de medición realizada por espectroscopía de infrarrojo de carboximetilquitosano obtenido.



Se presentan en el Figura 27 las nanopartículas de SCMCNa@Fe₃O₄ obtenidas de la prueba 2 en el cuadro 1, seguidas por su apariencia en disolución acuosa en agua en el cuadro 2 y su comportamiento magnético al ser aproximados a un campo magnético externo, en este caso un imán de neodimio en el cuadro 3.

Figura 27. Magnetización en medio acuoso de nanopartículas de SCMCNa@Fe₃O₄ obtenidas.



XII. Referencias

- Aaseth, J., Skaug, M. A., Cao, Y., y Andersen, O. (2014). Chelation in metal intoxication - Principles and paradigms [Quelación en intoxicación por metales – Principios y paradigmas]. *Journal Of Trace Elements In Medicine And Biology*, 31, 260-266. <https://doi.org/10.1016/j.jtemb.2014.10.001>
- Abernathy, C. O., Liu, Y. P., Longfellow, D., Aposhian, H. V., Beck, B., Fowler, B., Goyer, R., Menzer, R., Rossman, T., Thompson, C., y Waalkes, M. (1999). Arsenic: health effects, mechanisms of actions, and research issues. [Arsénico: efectos en la salud, mecanismos de acción y situación de investigaciones] *Environmental Health Perspectives*, 107(7), 593-597. <https://doi.org/10.1289/ehp.99107593>
- Aguilera, G., Berry, C. C., West, R. M., Gonzalez-Monterrubio, E., Angulo-Molina, A., Arias-Carrión, Ó., y Méndez-Rojas, M. Á. (2018). Carboxymethyl cellulose coated magnetic nanoparticles transport across a human lung microvascular endothelial cell model of the blood–brain barrier [Transporte de nanopartículas recubiertas de carboximetilcelulosa a través de un modelo de células endoteliales microvasculares del pulmón humano por la barrera sangre-cerebro] . *Nanoscale Advances*, 1(2), 671-685. <https://doi.org/10.1039/c8na00010g>
- Ahmad, M., Ahmed, S., Swami, B. L., y Ikram, S. (2015). Adsorption of heavy metal ions: role of chitosan and cellulose for water treatment [Adsorción de iones de metales pesados: rol del quitosano y la celulosa para el tratamiento de aguas]. *International Journal of Pharmacognocny*, 2(26), 280-289. https://www.researchgate.net/profile/Shakeel_Ahmed19/publication/280435971_ADSORPTION_OF_HEAVY_METAL_IONS_ROLE_OF_CHITOSAN_AND_CELLULOSE_FOR_WATER_TREATMENT/links/55b4a72708ae092e9653f7cf.pdf
- Akinsipo, O., Ayinde, W., Alayande, S., Ogunbayo, B., Oladoyinbo, F., y Dare, E. (2017). Functionalized chitosan-magnetite nanoparticles for in-vitro controlled drug delivery. [Nanopartículas de quitosano-magnetita funcionalizadas para la entrega de drogas controlada por método in vitro]. *Journal of Chemical Society of Nigeria*, 41(2). <https://journals.chemsociety.org.ng/index.php/jcsn/article/view/61>
- Al-Sagheer, F., Al-Sughayer, M., Muslim, S., y Elsabee, M. (2009). Extraction and characterization of chitin and chitosan from marine sources in Arabian Gulf [Extracción y caracterización de quitina y quitosano proveniente de fuentes marinas del Golfo Árabe]. *Carbohydrate Polymers*, 77(2), 410-419. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.01.032>
- Alsaiani, N. S., Amari, A., Katubi, K. M., Alzahrani, F. M., Rebah, F. B., y Tahoona, M. A. (2021). Innovative Magnetite Based Polymeric Nanocomposite for Simultaneous Removal of Methyl Orange and Hexavalent Chromium from Water [Nanocompuesto innovativo de magnetita basado en polímero para la remoción simultánea de naranja de metilo y cromo hexavalente del agua]. *Processes*, 9(4), 576. <https://doi.org/10.3390/pr9040576>
- Alsaiani, N. S., Alzahrani, F. M., Katubi, K. M., Amari, A., Rebah, F. B., y Tahoona, M. A. (2021). Polyethylenimine-Modified Magnetic Chitosan for the Uptake of Arsenic from Water [Quitosano magnético modificado por polietilenamina para la toma de arsénico del agua]. *Applied Sciences*, 11(12), 5630. <https://doi.org/10.3390/app11125630>

- Alvarez, M. (s. f.). Health Risk Assessment of Local Populations Ingesting Water with Naturally Occurring Arsenic and Fecal Related Contaminants in Lake Atitlan [Asesoría de Riesgo de salud de comunidades locales por ingestión de agua con arsénico de ocurrencia natural y contaminantes fecales relacionados en el Lago de Atitlán]. Guatemala. *Digital Commons University Of South Florida*. <https://digitalcommons.usf.edu/etd/8723>
- Apriceno, A., Silvestro, I., Girelli, A., Francolini, I., Pietrelli, L., y Piozzi, A. (2021). Preparation and Characterization of Chitosan-Coated Manganese-Ferrite Nanoparticles Conjugated with Laccase for Environmental Bioremediation [Preparación y caracterización de nanopartículas de ferrita de manganeso cubiertas con quitosano conjugadas con lacasa para bioremediación ambiental]. *Polymers*, 13(9), 1453. <https://doi.org/10.3390/polym13091453>
- Aranaz, I., Alcántara, A. R., Civera, M. C., Arias, C., Elorza, B., Caballero, A. H., y Acosta, N. (2021). Chitosan: An Overview of Its Properties and Applications [Quitosano: un vistazo de sus propiedades y aplicaciones]. *Polymers*, 13(19), 3256. <https://doi.org/10.3390/polym13193256>
- Autoridad para el Manejo Sustentable de la Cuenca del Lago de Amatitlán (AMSA). (2003). Plan Maestro de manejo integrado de la cuenca y del lago de Amatitlán. <https://funcagua.org.gt/wp-content/uploads/2020/04/2019.-Recursos-H%C3%ADdricos-Guatemala.-Primer-Reporte-Nacional-de-Cambio-Clim%C3%A1tico.-SGCCC.pdf>
- Azamat, J., Khataee, A., Sadikoglu, F. (2017). Computational study on the efficiency of MoS₂ membrane for removing arsenic from contaminated water [Estudio computacional en la eficiencia de una membrana de MoS₂ para la remoción de arsénico de aguas contaminadas]. *Journal Of Molecular Liquids*, 249, 110-116. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.11.001>
- Basterrechea, M. y Guerra, A. (2019). Primer reporte de evaluación del conocimiento sobre cambio climático en Guatemala. Editorial Universitaria UVG, *Recursos Hídricos*, 86–107. <https://funcagua.org.gt/wp-content/uploads/2020/04/2019.-Recursos-H%C3%ADdricos-Guatemala.-Primer-Reporte-Nacional-de-Cambio-Clim%C3%A1tico.-SGCCC.pdf>
- Bayabil, H. K., Teshome, F. T., y Li, Y. (2022). Emerging Contaminants in Soil and Water [Contaminantes emergentes en suelos y aguas]. *Frontiers In Environmental Science*, 10. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.873499>
- Bjørklund, G., Oliinyk, P., Lysiuk, R., Rahaman, M. S., Antonyak, H., Lozynska, I., Lenchyk, L., y Peana, M. F. (2020). Arsenic intoxication: general aspects and chelating agents [Intoxicación por arsénico: aspectos generales y agentes quelantes]. *Archives of Toxicology*, 94(6), 1879–1897. <https://doi.org/10.1007/s00204-020-02739-w>
- Bhattacharjee, S., Mazumder, N., Mondal, S., Panigrahi, K., Banerjee, A., Das, D., Sarkar, S., Roy, D., y Chattopadhyay, K. (2020). Size-modulation of functionalized Fe₃O₄: nanoscopic customization to devise resolute piezoelectric nanocomposites [Modulación de tamaño de Fe₃O₄ funcionalizada: personalización nanoscópica para idear nanocompuestos piezoeléctricos resueltos]. *Dalton Transactions*, 49(23), 7872-7890. <https://doi.org/10.1039/d0dt01167c>

- Bundschuh, J., Armienta, M. A., Morales-Simfors, N., Alam, M. K., López, D. L., Quezada, V. D., Dietrich, S., Schneider, J., Tapia, J., Sracek, O., Castillo, E., Parra, L. M. M., Espinoza, M. A., Guilherme, L. R. G., Sosa, N. N., Niazi, N. K., Tomaszewska, B., Lizama-Allende, K., Bieger, K., y Ahmad, A. (2021). Arsenic in Latin America: New findings on source, mobilization and mobility in human environments in 20 countries based on decadal research 2010-2020 [Arsénico en Latinoamérica: Nuevos descubrimientos en origen, movilización y movilidad en ambientes humanos en 20 países basadas en la investigación de la década 2010-2020]. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 51(16), 1727–1865. <https://doi.org/10.1080/10643389.2020.1770527>
- Cervera, M. L., Arnal, M. C. y De La Guardia, M. (2003). Removal of heavy metals by using adsorption on alumina or chitosan [Remoción de metales pesados utilizando adsorción en alumina o quitosano]. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 375(6), 820–825. <https://doi.org/10.1007/s00216-003-1796-2>
- Chaiwarit, T., Sommano, S. R., Rachtanapun, P., Kantrong, N., Ruksiriwanich, W., Kumpugdee-Vollrath, M., y Jantrawut, P. (2022). Development of Carboxymethyl Chitosan Nanoparticles Prepared by Ultrasound-Assisted Technique for a Clindamycin HCl Carrier [Desarrollo de nanopartículas de carboximetilquitosano preparadas por una técnica asistida por ultrasonido para un transportador de Clindamicina HCl]. *Polymers*, 14(9), 1736. <https://doi.org/10.3390/polym14091736>
- Charpentier, T. V. J., Neville, A., Lanigan, J. L., Barker, R., Smith, M. J., y Richardson, T. (2016). Preparation of Magnetic Carboxymethylchitosan Nanoparticles for Adsorption of Heavy Metal Ions [Preparación de nanopartículas magnéticas de carboximetilquitosano para la adsorción de iones de metales pesados]. *ACS Omega*, 1(1), 77-83. <https://doi.org/10.1021/acsomega.6b00035>
- Chen, X. y Park, H. (2003). Chemical characteristics of O-carboxymethyl chitosans related to the preparation conditions [Características químicas de O-carboximetilquitosano con relación a las condiciones de preparación]. *Carbohydrate Polymers*, 53(4), 355–359. [https://doi.org/10.1016/s0144-8617\(03\)00051-1](https://doi.org/10.1016/s0144-8617(03)00051-1)
- Chukhovski, F.N., Konarev, P. V. y Volkov, V. V. (2022). Statistical Noise-Filtering of the X-Ray Diffraction Tomography Data: Simulation and Analysis [Filtración por ruido estadístico de datos de tomografía por difracción de rayos X: simulación y análisis]. *Journal of Materials Science and Applications*, 6(3). <https://doi.org/10.17303/jmsa.2022.6.302>
- Contreras, A. X. (2022). Optimización de la extracción de quitosano a partir del exoesqueleto de camarón *Litopenaeus vannamei*, utilizando radiación de microondas como alternativa sostenible. Universidad del Valle de Guatemala.
- Cuadra, D. (2017). Síntesis de nanopartículas de carboximetilquitosano y su aplicación en tratamiento de aguas residuales. Universidad del Valle de Guatemala.
- Cuadra, D, et al. (2019). Extraction of chitosan from *Ceratitis capitata* flies and preparation of hybrid magnetic composites for the adsorption of arsenic and lead [Extracción de quitosano de moscas *Ceratitis capitata* y preparación de compuestos híbridos magnéticos para la adsorción de arsénico y plomo]. Universidad de Valencia.

- Daniyal, W. M., Fen, Y. W., Saleviter, S., Chanlek, N., Nakajima, H., Abdullah, J., y Yusof, N. A. (2021). X-ray Photoelectron Spectroscopy Analysis of Chitosan–Graphene Oxide-Based Composite Thin Films for Potential Optical Sensing Applications [Análisis por espectroscopía de fotoelectrones de rayos X de películas delgadas compuestas de quitosano y óxido de grafenos para aplicaciones de sensor ópticas potenciales]. *Polymers*, 13(3), 478. <https://doi.org/10.3390/polym13030478>
- De Vargas Brião, G., De Andrade, J. R., Da Silva, M. G. C., y Vieira, M. G. A. (2020). Removal of toxic metals from water using chitosan-based magnetic adsorbents. A review [Remoción de metales tóxicos del agua utilizando adsorbentes magnéticos basados en quitosano: Resumen]. *Environmental Chemistry Letters*, 18(4), 1145-1168. <https://doi.org/10.1007/s10311-020-01003-y>
- Diab, M. A., El-Sonbati, A. Z., Al-Halawany, M. M., Bader, D. M. (2012). Thermal Stability and Degradation of Chitosan Modified by Cinnamic Acid [Estabilidad térmica y degradación de quitosano modificado por ácido cinámico]. *Open Journal Of Polymer Chemistry*, 02(01), 14-20. <https://doi.org/10.4236/ojpcchem.2012.21003>
- Elrhman, H. (2020). Synthesis and characterization of core-shell magnetite nanoparticles with modified nano-cellulose for removal of radioactive ions from aqueous solutions [Síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetite de tipo *core-shell* con nanocelulosa modificada para la remoción de iones radiactivos de soluciones acuosas]. *Results In Materials*, 8, 100138. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2020.100138>
- De Rendón, B., Rodas, O. y Hurtado, P. (2002). Informe Nacional sobre la Situación de Manejo de Cuencas en Guatemala. Guatemala. Tercer Congreso Latinoamericano de Manejo de Cuencas en Zonas de Montaña. REDLACH. <http://desastres.unanleon.edu.ni/pdf/2003/marzo/envio2/pdf/spa/doc14463/doc14463.pdf>
- Glassmeyer, S. T., Furlong, E. T., Kolpin, D. W., Batt, A. L., Benson, R. W., Boone, J. S., Conerly, O., Donohue, M. J., King, D., Kostich, M. S., Mash, H., Pfaller, S., Schenck, K. M., Simmons, J. E., Varughese, E. A., Vesper, S., Villegas, E. N., y Wilson, V. S. (2017). Nationwide reconnaissance of contaminants of emerging concern in source and treated drinking waters of the United States [Reconocimiento de nación de contaminantes de interés emergente en origen y agua potable tratada de Estados Unidos]. *Science of the Total Environment*, 581–582, 909–922. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.12.004>
- Ghadi, A., Tabandeh, F., Mahjoub, S., Mohsenifar, A., Roshan, F. T., y Alavije, R. S. (2015). Fabrication and Characterization of Core-Shell Magnetic Chitosan Nanoparticles as a Novel carrier for Immobilization of *Burkholderia cepacia* Lipase [Fabricación y caracterización de nanopartículas magnéticas de quitosano de tipo *core-shell* como un nuevo acarreador para la inmovilización de la lipasa de *Burkholderia cepacia*]. *Journal Of Oleo Science*, 64(4), 423-430. <https://doi.org/10.5650/jos.ess14236>
- Gurău, G. (2018). Which part of a shrimp has more economic value, the shell or the meat? [¿Qué parte de un camarón tiene mayor valor económico, la cáscara o la carne?] *Meeting Abstracts/Meeting Abstracts Electrochemical Society*, MA2018-02(53), 1864. <https://doi.org/10.1149/ma2018-02/53/1864>
- Gwenzi, W. (2022). Ten (10) key research questions on emerging contaminants and novel entities, and their health risks [Diez (10) preguntas clave de investigación en contaminantes emergente y nuevas entidades, y sus riesgos a la salud]. *Elsevier eBooks*, 383–394. <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-90051-5.00013-4>

- Hoqani, H. S. A., Al-Shaqsi, N., Hossain, M. A., y Sibani, M. A. (2020). Isolation and optimization of the method for industrial production of chitin and chitosan from Omani shrimp shell [Isolación y optimización del método para la producción industrial de quitina y quitosano de cascara de camarón Omani]. *Carbohydrate Research*, 492, 108001. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2020.108001>
- Hoqani, H. S. A., Shaqsi, N. H., Hossain, M. A., y Sibani, M. A. (2021). Structural characterization of polymeric chitosan and mineral from Omani shrimp shells [Caracterización estructural de quitosano polimérico y mineral de cáscaras de camarón Omani]. *Water-energy Nexus*, 4, 199–207. <https://doi.org/10.1016/j.wen.2021.11.002>
- Hosney, A., Ullah, S., y Barčauskaitė, K. (2022). A Review of the Chemical Extraction of Chitosan from Shrimp Wastes and Prediction of Factors Affecting Chitosan Yield by Using an Artificial Neural Network [Un resumen de la extracción química de quitosano de desecho de camarón y predicción de factores que afectan el rendimiento de quitosano usando una red neuronal artificial]. *Marine Drugs*, 20(11), 675. <https://doi.org/10.3390/md20110675>
- Hou, J., Aydemir, B. E., y Dumanli, A. G. (2021). Understanding the structural diversity of chitins as a versatile biomaterial [Entendiendo la diversidad estructural de quitinas como un biomaterial versátil]. *Philosophical Transactions Of The Royal Society A Mathematical Physical And Engineering Sciences*, 379(2206). <https://doi.org/10.1098/rsta.2020.0331>
- Hui, C., Guo, Y., Li, H., Chaoxian, G., y Yi, J. (2022). Detection of environmental pollutant cadmium in water using a visual bacterial biosensor [Detección de contaminante ambiental cadmio en agua utilizando un biosensor bacteriano visual]. *Scientific Reports*, 12(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-11051-9>
- Jin, T., Liu, T., Lam, E., y Moores, A. (2021). Chitin and chitosan on the nanoscale [Quitina y quitosano en la nanoescala]. *Nanoscale Horizons*, 6(7), 505-542. <https://doi.org/10.1039/d0nh00696c>
- Kakani, V. G., Nie, H., Branford-White, C., He, Z., y Zhu, L. (2009). Removal of Cu²⁺ from aqueous solution by chitosan-coated magnetic nanoparticles modified with α -ketoglutaric acid [Remoción de Cu²⁺ de solución acuosa por nanopartículas magnéticas con cubierta de quitosano modificadas con ácido α -ketoglutarico]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 330(1), 29–37. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2008.10.026>
- Kim, Y., Choi, H., Shin, W. H., Oh, J., Koo, S., Kim, Y., Lee, T. S., Yu, B. P., y Park, C. (2021). Development of Colorimetric Whole-Cell Biosensor for Detection of Heavy Metals in Environment for Public Health [Desarrollo de un biosensor de célula completa colorimétrica para la detección de metales pesados en el ambiente para la salud pública]. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 18(23), 12721. <https://doi.org/10.3390/ijerph182312721>
- Koo, C., Hong, H., Im, P. W., Kim, H., Lee, C., Jin, X., Yan, B., Lee, W., Im, H., Paek, S. H., y Piao, Y. (2020). Magnetic and near-infrared derived heating characteristics of dimercaptosuccinic acid coated uniform Fe@Fe₃O₄ core-shell nanoparticles [Características magnéticas y de calentamiento derivadas por infrarrojo cercano de nanopartículas uniformes de tipo core-shell de Fe@Fe₃O₄ cubiertas con ácido dimercaptosuccínico]. *Nano Convergence*, 7(1). <https://doi.org/10.1186/s40580-020-00229-4>

- K'Oreje, K., Vergeynst, L., Ombaka, D. P. O., De Wispelaere, P., Okoth, M., Van Langenhove, H., y Demeestere, K. (2016). Occurrence patterns of pharmaceutical residues in wastewater, surface water and groundwater of Nairobi and Kisumu city, Kenya [Patrones de ocurrencia de residuos farmacéuticos en agua de residuo, agua superficial y agua subterránea de Nairobi y la ciudad Kisumu en Kenia]. *Chemosphere*, 149, 238–244. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.01.095>
- Kumar, R., Qureshi, M., Vishwakarma, D. K., Al-Ansari, N., Kuriqi, A., Elbeltagi, A., y Saraswat, A. (2022). A review on emerging water contaminants and the application of sustainable removal technologies [Un resumen en contaminantes emergentes en agua y la aplicación de tecnologías sostenibles para remoción]. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 6, 100219. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2022.100219>
- Labidi, A., Salaberria, A. M., Fernandes, S., Labidi, J., y Abderrabba, M. (2020). Microwave assisted synthesis of poly (N-vinylimidazole) grafted chitosan as an effective adsorbent for mercury (II) removal from aqueous solution: Equilibrium, kinetic, thermodynamics and regeneration studies [Síntesis asistida por microondas de quitosano injertado con poli(N-vinilimidazol) como un adsorbente efectivo para la remoción de mercurio (II) de soluciones acuosas: Estudios de equilibrio, cinética, termodinámica y regeneración]. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 41(6), 828–840. <https://doi.org/10.1080/01932691.2019.1614025>
- Lasheen, El-Sherif, I. Y., Tawfik, M. E., El-Wakeel, S., y El-Shahat, M. (2016). Preparation and adsorption properties of nano magnetite chitosan films for heavy metal ions from aqueous solution [Preparación y propiedades de adsorción de películas de quitosano-nanomagnetita para iones de metales pesados en solución acuosa]. *Materials Research Bulletin*, 80, 344-350. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2016.04.011>
- Laurent, S., Forge, D., Port, M., Roch, A., Robic, C., Elst, L. V., & Muller, R. N. (2009). Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Vectorization, Physicochemical Characterizations, and Biological Applications [Nanopartículas: Síntesis, estabilización, vectorización, caracterizaciones fisicoquímicas y aplicaciones biológicas]. *Chemical Reviews*, 110(4), 2574. <https://doi.org/10.1021/cr900197g>
- Li, B., Zhou, F., Huang, K., Wang, Y., Mei, S., Zhou, Y., y Jing, T. (2017). Environmentally friendly chitosan/PEI-grafted magnetic gelatin for the highly effective removal of heavy metals from drinking water [Gelatina magnética amigable al ambiente fabricada de quitosano/PEI para la remoción efectiva de metales pesados en agua potable]. *Scientific Reports*, 7(1). <https://doi.org/10.1038/srep43082>
- Li, P., Liao, G., Kumar, S. R., Shih, C., Yang, C., Wang, D., y Lue, S. J. (2015). Fabrication and Characterization of Chitosan Nanoparticle-Incorporated Quaternized Poly(Vinyl Alcohol) Composite Membranes as Solid Electrolytes for Direct Methanol Alkaline Fuel Cells [Fabricación y caracterización de membranas compuestas de polivinil alcohol cuaternizado con nanopartículas de quitosano incorporadas como electrolitos sólidos para celdas de combustible alcalinas de metanol directo]. *Electrochimica Acta*, 187, 616-628. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.11.117>
- Lotfi, S., Ghaderi, F., Bahari, A., y Mahjoub, S. (2017). Preparation and Characterization of Magnetite–Chitosan Nanoparticles and Evaluation of Their Cytotoxicity Effects on MCF7 and Fibroblast Cells [Preparación y caracterización de nanopartículas de magnetite-quitosano y evaluación de efectos citotóxicos en MCF7 y

- células de fibroblasto]. *Journal Of Superconductivity And Novel Magnetism*, 30(12), 3431-3438. <https://doi.org/10.1007/s10948-017-4094-5>
- Lotter, J. T. (2013). Groundwater Arsenic in Chimaltenango, Guatemala [Arsénico en aguas subterráneas en Chimaltenango, Guatemala]. *University of Illinois at Chicago*. <https://hdl.handle.net/10027/9786>
- Meffre, A., Mehdaoui, B., Kelsen, V., Fazzini, P., Carrey, J., Lachaize, S., Respaud, M., y Chaudret, B. (2012). A Simple Chemical Route toward Monodisperse Iron Carbide Nanoparticles Displaying Tunable Magnetic and Unprecedented Hyperthermia Properties [Una ruta química simple hacia nanopartículas monodispersas de carburo de hierro mostrando propiedades magnéticas sintonizables y de hipertermia sin precedentes]. *Nano Letters*, 12(9), 4722–4728. <https://doi.org/10.1021/nl302160d>
- Melendez, J., García-Saavedra, Y., Galván Romero, V. S., Díaz De León-Martínez, L., Vargas, K., Mejía, J., y Flores-Ramírez, R. (2020). Contaminantes emergentes. Problemática ambiental asociada al uso de antibióticos. nuevas técnicas de detección, remediación y perspectivas de legislación en América Latina. *Revista De Salud Ambiental*, 20.
- Mishra, A., y Clark, J. H. (2013). Green materials for sustainable water remediation and treatment [Materiales verdes para remediación y tratamientos de agua sostenibles]. *The Royal Society of Chemistry eBooks*. <https://doi.org/10.1039/9781849735001>
- Mohanasrinivasan, V., Mishra, M., Paliwal, J. S., Singh, S. K., Ethiraj, S., Suganthi, V., y Devi, C. S. (2013). Studies on heavy metal removal efficiency and antibacterial activity of chitosan prepared from shrimp shell waste [Estudios en eficiencia de remoción de metales pesados y actividad antibacteriana de quitosano preparado de desecho de cáscara de camarón]. *Biotech*, 4(2), 167–175. <https://doi.org/10.1007/s13205-013-0140-6>
- National Center for Biotechnology Information (2024). PubChem Compound Summary for CID 71306969, Carboxymethyl chitosan [Resumen PubChem de compuesto CID 71306969, Carboximetil quitosano]. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Carboxymethyl-chitosan>
- National Center for Biotechnology Information (2024). PubChem Compound Summary for CID 71853, Chitosan [Resumen PubChem de compuesto CID 71853, Quitosano]. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Chitosan>
- National Center for Biotechnology Information (2024). PubChem Substance Record for CID 405238430, chitin [Resumen PubChem de compuesto CID 405238430, Quitina]. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/substance/405238430>
- National Institute of Standards and Technology (NIST). (2024). NIST X-ray Photoelectron Spectroscopy Database V. 5.0 [Base de datos de espectroscopía de fotoelectrones de rayos-X del NIST] V. 5.0. U.S. *Department of Commerce*. <https://srdata.nist.gov/xps/QueryByElmType/O/PE>
- National Research Council (US) Subcommittee on Arsenic in Drinking Water. (1999). Chemistry and Analysis of Arsenic Species in Water, Food, Urine, Blood, Hair, and Nails. Arsenic in Drinking Water [Química y análisis de especies de arsénico en agua, comida, orina, sangre, cabello y uñas]. *National Academies Press, Washington DC*. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK230885/>

- Nasirimoghaddam, S., Zeinali, S., Sabbaghi, S. (2015). Chitosan coated magnetic nanoparticles as nano-adsorbent for efficient removal of mercury contents from industrial aqueous and oily samples [Nanopartículas magnéticas cubiertas de quitosano como nanoadsorbente para la remoción eficiente de contenidos de mercurio de muestras industriales acuosas y aceitosas]. *Journal Of Industrial And Engineering Chemistry*, 27, 79-87. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.12.020>
- Nessa, F., Masum, S. M., Asaduzzaman, M., Sk, R., Hossain, M. M., y Jahan. (1970). A Process for the Preparation of Chitin and Chitosan from Prawn Shell Waste [Un proceso para la preparación de quitina y quitosano de desecho de cáscara de gambas]. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 45(4), 323–330. <https://doi.org/10.3329/bjsir.v45i4.7330>
- No, H. K., Meyers, S. P., y Lee, K. S. (1989). Isolation and characterization of chitin from crawfish shell waste [Isolación y caracterización de quitina de desecho de cáscaras de cangrejo de río]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 37(3), 575–579. <https://doi.org/10.1021/jf00087a001>
- Novikov, V. Y., Derkach, S. R., Konovalova, I. N., Dolgopyatova, N. V., Kuchina, Y. A. (2023). Mechanism of Heterogeneous Alkaline Deacetylation of Chitin: A Review [Mecanismo de la desacetilación alcalina heterogenea de la quitina: Un resumen]. *Polymers*, 15(7), 1729. <https://doi.org/10.3390/polym15071729>
- Olivera, S., Muralidhara, H. B., Venkatesh, K., Guna, V. K., Gopalakrishna, K., y Kumar K, Y. (2016). Potential applications of cellulose and chitosan nanoparticles/composites in wastewater treatment: A review [Aplicaciones potenciales de nanoparticulas/compuestos de celulosa y quitosano en tratamiento de aguas de desecho: Un resumen]. *Carbohydrate polymers*, 153, 600–618. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.08.017>
- Peña-Guzmán, C., Ulloa-Sánchez, S., Mora, K. L., Helena-Bustos, R., López-Barrera, E. A., Alvarez, J., y Rodriguez, M. J. (2019). Emerging pollutants in the urban water cycle in Latin America: A review of the current literature [Contaminantes emergentes en el ciclo de agua urbana en Latinoamérica: Un resumen de literatura actual]. *Journal of Environmental Management*, 237, 408–423. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.02.100>
- Percot, A., Viton, C., y Domard, A. (2002). Optimization of Chitin Extraction from Shrimp Shells [Optimización de la extracción de quitina de cascara de camarón]. *Biomacromolecules*, 4(1), 12–18. <https://doi.org/10.1021/bm025602k>
- PerkinElmer. (s.f.). A Beginner's Guide to Thermogravimetric Analysis (TGA) [Una guía de principiante al análisis termogravimétrico (TGA)]. https://resources.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/faq_beginners-guide-to-thermogravimetric-analysis_009380c_01.pdf
- Pu, L., Xu, Y., Xia, Q., Ding, J., Wang, Y., Shan, C., Wu, D., Zhang, Q., Gao, G., y Pan, B. (2021). Ferroelectric membrane for water purification with arsenic as model pollutant [Membrana ferroeléctrica para purificación de agua con arsénico como modelo contaminante]. *Chemical Engineering Journal*, 403, 126426. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.126426>
- Rajabi, M., Dohendou, M., y Dekamin, M. G. (2022). Synthesis of Carboxymethyl Chitosan and Its Derivatives Using KI and/or Ultrasonication [Síntesis de carboximetilquitosano y sus derivados utilizando KI y/o ultrasonificación]. *Chemistry Proceedings*. <https://doi.org/10.3390/ecsoc-26-13644>

- Red Interamericana de Academias de Ciencias (IANAS). (2018). Calidad del agua en las Américas. <https://ianas.org/>
- Redmon, J. H., Mulhern, R., Castellanos, E., Wood, E. M., McWilliams, A., Herrera, I. H., Liyanapatirana, C., Weber, F., Levine, K. E., Thorp, E., Bynum, N., Amato, K., Acevedo, M. M. D., Baker, J. N., Van Houtven, G., Henry, C. L., Wade, C. M., y Kondash, A. J. (2022). A Participatory Science Approach to Evaluating Factors Associated with the Occurrence of Metals and PFAS in Guatemala City Tap Water [Un enfoque de ciencia participativa para evaluar factores asociados con la ocurrencia de metales y PFAS en el agua potable de la ciudad de Guatemala]. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 19(10), 6004. <https://doi.org/10.3390/ijerph19106004>
- Riofrio, A., Alcivar, T., y Baykara, H. (2021). Environmental and Economic viability of Chitosan production in Guayas-Ecuador: A Robust investment and life cycle analysis [Viabilidad económica y ambiental de la producción de quitosano en Guayas-Ecuador: Una inversión robusta y análisis del ciclo de vida]. *ACS Omega*, 6(36), 23038–23051. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c01672>
- Riva, F., Castiglioni, S., Fattore, E., Manenti, A., Davoli, E., y Zuccato, E. (2018). Monitoring emerging contaminants in the drinking water of Milan and assessment of the human risk [Monitoreando contaminantes emergentes en el agua potable de Milan y evaluación del riesgo humano]. *International Journal of Hygiene and Environmental Health*, 221(3), 451–457. <https://doi.org/10.1016/j.ijheh.2018.01.008>
- Salgueiro-González, N., Turnes-Carou, I., Besada, V., Muniategui-Lorenzo, S., López-Mahí, A. P., y Prada-Rodríguez, D. (2015). Occurrence, distribution, and bioaccumulation of endocrine disrupting compounds in water, sediment, and biota samples from a European river basin [Ocurrencia, distribución y bioacumulación de compuestos disruptivos endocrinos en muestras de agua, sedimento y biota de una cuenca de río Europeo]. *Science of the Total Environment*, 529, 121–130. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.05.048>
- Sandler, S., Fellows, B., y Mefford, O. (2019). Best practices for characterization of magnetic nanoparticles for biomedical applications [Las mejores prácticas para la caracterización de nanopartículas magnéticas para aplicaciones biomédicas]. *Analytical Chemistry*, 91(22), 14159–14169. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b03518>
- Sauvé, S., y Desrosiers, M. (2014). A review of what is an emerging contaminant [Un resumen de que es un contaminante emergente]. *Chemistry Central Journal*, 8(1). <https://doi.org/10.1186/1752-153x-8-15>
- Sharma, B. M., Bečanová, J., Scheringer, M., Sharma, A., Bharat, G. K., Whitehead, P., Klánová, J., y Nizzetto, L. (2019). Health and ecological risk assessment of emerging contaminants (pharmaceuticals, personal care products, and artificial sweeteners) in surface and groundwater (drinking water) in the Ganges River Basin, India [Evaluación de riesgo ecológico y de salud en contaminantes emergentes (farmacéuticos, productos de cuidado personal y edulcorantes artificiales) en agua de superficie y subterránea (agua potable) de la cuenca del río Ganges, India]. *Science of the Total Environment*, 646, 1459–1467. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.07.235>

- Sivashankari, P., y Prabakaran, M. (2016). Deacetylation modification techniques of chitin and chitosan [Técnicas modificadas de desacetilación de quitina y quitosano]. *Elsevier eBooks*, 117-133. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100230-8.00005-4>
- Spósito, J. C. V., Montagner, C. C., Casado, M., Navarro-Martín, L., Solórzano, J. C. J., Piña, B., y Grisolia, A. B. (2018). Emerging contaminants in Brazilian rivers: Occurrence and effects on gene expression in zebrafish (*Danio rerio*) embryos [Contaminantes emergentes en ríos brasileños: Ocurrencia y efectos en expresión génica en embriones de pez cebra (*Danio rerio*)]. *Chemosphere*, 209, 696–704. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.06.046>
- Sun, S., y Wang, A. (2005). Adsorption kinetics of Cu(II) ions using N,O-carboxymethyl-chitosan [Cinética de adsorción de iones de cobre(II) utilizando N,O-carboximetilquitosano]. *Journal Of Hazardous Materials*, 131(1-3), 103-111. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2005.09.012>
- Tahoon, M. A., Siddeeg, S. M., Alsaiari, N. S., Mnif, W., y Rebah, F. B. (2020). Effective Heavy Metals Removal from Water Using Nanomaterials: A Review [Remoción efectiva de metales pesados de agua utilizando nanomaterials: un resumen]. *Processes*, 8(6), 645. <https://doi.org/10.3390/pr8060645>
- Universidad Rafael Landívar [URL] (2005). Situación del Recurso Hídrico en Guatemala. Guatemala. Instituto de Agricultura, Recursos Naturales y Ambiente (IARNA). http://recursosbiblio.url.edu.gt/publicjlg/IARNA/serie_ambi/02.pdf
- Vasilachi, I. C., Asiminicesei, D. M., Ferțu, D. I., y Gavrilescu, M. (2021). Occurrence and Fate of Emerging Pollutants in Water Environment and Options for Their Removal [Ocurrencia y destino de contaminantes emergentes en ambientes de agua y opciones para su remoción]. *Water*, 13(2), 181. <https://doi.org/10.3390/w13020181>
- Wang, Y., Xu, L., Li, J., Ren, Z., Liu, W., Ai, Y., Yang, K., Qu, J., Zhang, B., y Zhang, Y. (2024). Synthesis of magnetic chitosan-composite biochar and its removal of copper ions (Cu²⁺) and methylene blue (MB) dye from aqueous solutions [Síntesis de biocarbón compuesto de quitosano magnético y su remoción de iones de cobre (Cu²⁺) y tinte de azul de metileno de soluciones acuosas]. *Environmental Science and Pollution Research*. <https://doi.org/10.1007/s11356-024-35145-1>
- World Health Organization [WHO]. (2022). Arsenic [Arsénico]. <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/arsenic#:~:text=Long%2Dterm%20exposure%20to%20arsenic,increased%20deaths%20in%20young%20adults.>
- Yang, R., Aubrecht, K. B., Ma, H., Wang, R., Grubbs, R. H., Hsiao, B. S., y Chu, B. (2014). Thiol-modified cellulose nanofibrous composite membranes for chromium (VI) and lead (II) adsorption [Membranas compuestas nanofibrosas de celulosa modificada con tiol para la adsorción de cromo (VI) y plomo (II)]. *Polymer*, 55(5), 1167–1176. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2014.01.043>
- Yu, X., Tong, S., Ge, M., Wu, L., Zuo, J., Cao, C., y Song, W. (2013). Adsorption of heavy metal ions from aqueous solution by carboxylated cellulose nanocrystals [Adsorción de iones de metales pesados de soluciones acuosas por nanocristales de celulosa carboxilada]. *Journal of Environmental Sciences-China*, 25(5), 933–943. [https://doi.org/10.1016/s1001-0742\(12\)60145-4](https://doi.org/10.1016/s1001-0742(12)60145-4)

- Zhang, Y., Xue, C., Xue, Y., Gao, R., y Zhang, X. (2005). Determination of the degree of deacetylation of chitin and chitosan by X-ray powder diffraction [Determinación del grado de desacetilación de quitina y quitosano por difracción de polvo por rayos X]. *Carbohydrate Research*, 340(11), 1914-1917. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2005.05.005>
- Zhao, L., Shi, L., Zhang, Z., Chen, J., Shi, D., Yang, J., y Tang, Z. (2011). Preparation and application of chitosan nanoparticles and nanofibers [Preparación y aplicación de nanopartículas y nanofibras de quitosano]. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 28(3), 353-362. <https://doi.org/10.1590/s0104-66322011000300001>
- Zhou, D., Zhang, L., Zhou, J., y Guo, S. (2004). Cellulose/chitin beads for adsorption of heavy metals in aqueous solution [Cuentas de celulosa/quitina para la adsorción de metales pesados en solución acuosa]. *Water Research*, 38(11), 2643-2650. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.03.026>
- Zhou, L. M., Xu, J., Liang, X., y Liu, Z. (2010). Adsorption of platinum(IV) and palladium(II) from aqueous solution by magnetic cross-linking chitosan nanoparticles modified with ethylenediamine [Adsorción de platino (IV) y paladio (II) de solución acuosa por nanopartículas de quitosano con reticulación magnética modificadas con etilendiamina]. *Journal of Hazardous Materials*, 182(1-3), 518-524. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.06.062>
- Zou, W., Geng, H., Lin, M., y Xiong, X. (2011). Facile one-pot preparation of superparamagnetic chitosan sphere and its derived hollow sphere [Preparación fácil en un solo recipiente de una esfera de quitosano superparamagnética y su esfera hueca derivada]. *Journal of Applied Polymer Science*, 123(6), 3587-3594. <https://doi.org/10.1002/app.34887>
- Ziogas, P., Bourlino, A. B., Tucek, J., Malina, O., y Douvalis, A. P. (2020). Novel Magnetic Nanohybrids: From Iron Oxide to Iron Carbide Nanoparticles Grown on Nanodiamonds [Nanohíbridos magnéticos novedosos: de óxido de hierro a nanopartículas de carburo de hierro crecidas en nanodiamantes]. *Magnetochemistry*, 6(4), 73. <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry6040073>