

QQQ-8

ESPECTROSCOPIA UV: AVANCES EN EL MÉTODO DE ESTUDIO DEL GRADO DE ACETILACIÓN

V. Pedroni, M.E. Gschaider, P.C. Schulz (*)

Departamento de Química. Universidad Nacional del Sur. Av. Alem 1253. Bahía Blanca. 8000.

R. Argentina. E-mail: pschulz@criba.edu.ar

Se propone una metodología sencilla para obtener el grado de acetilación (GA) a través de espectroscopía ultravioleta, adaptada a un equipo de doble haz, que ha surgido a partir de la disponibilidad de instrumental de nuestro Laboratorio de Investigación Básica y Aplicada de Quitina (LIBAQ) y a la búsqueda de una técnica rápida y sencilla para obtener el grado de acetilación de los quitosanos obtenidos en el LIBAQ a partir del camarón de la Ría de Bahía Blanca.

A pesar de ser la técnica habitual de trabajo con espectrofotómetros UV-visible, con derivada primera¹⁻², por la influencia del solvente en la determinación, se han logrado resultados satisfactorios para un rango relativamente amplio de grados de acetilación dentro del que se encuentran los de los quitosanos de producción propia: 0-0.2.

Las muestras de quitosano de camarón fueron seleccionadas de distintas fuentes; algunas de ellas eran muestras comerciales y otras aisladas de sus fuentes naturales en el LIBAQ. Se emplearon clorhidrato de D-glucosamina y N-acetil-glucosamina para obtener la curva de calibración. En cuanto a esta última, se prepararon soluciones entre 0,02 y 0,06 mg por ml de solución y las concentraciones de las soluciones se estandarizaron en 0,3 mg de quitosano por ml de solución. En todos los casos el solvente empleado fue HCl 0,1 M.

Registrando los espectros a 201 nm, longitud de onda en que las soluciones presentan su máximo de absorbancia y el solvente tiene una mínima influencia, se obtiene desde el propio software del instrumento la concentración de grupo acetilo y así, por un simple cálculo, el GA, con buena precisión y exactitud, que fue contrastado con titulación conductimétrica, FTIR³ y en algunos casos, por ¹H-NMR⁴ y análisis elemental⁵, habiendo sido realizados estos dos últimos estudios fuera de nuestro país.

Con la finalidad de obtener una técnica rápida se ahorró tiempo trabajando con las muestras en forma nativa, tal como se recibieron.

A modo de ejemplo se muestran algunos de los resultados de muestras comerciales:

Muestra		GA por titulación conductimétrica	GA por UV	GA informado por el fabricante
Primex	TM 240	0.04	0.05	0.050
“	TM 369	0.16	0.14	0.148
“	TM 408	0.21	0.20	0.200
“	TM 611	0.13	0.13	0.123

Se compararon los resultados con aquellos obtenidos, con ácido acético 0,01 M y con HCl 0,01 M y además, con un equipo a simple haz. Los resultados del estudio sobre soluciones con HCl dan mejor reproducibilidad y repetibilidad que con las muestras preparadas con ácido acético. Esto es debido a que el HCl es mejor solvente que el ácido acético para las muestras en estudio.

Respecto del HCl 0,01 M, presenta su máximo de absorbancia a igual longitud de onda que las soluciones, lo cual no ocurre con el HCl 0,1 M.

Si bien los resultados al trabajar con simple haz son satisfactorios, resultan menos exactos que con doble haz.

Referencias

1. Muzzarelli, R.A.A., Rocchetti, R.; *Carbohydrate Polymers*. **1985**, 5, 461-472
2. Tan, S.C., Khan, C., Tan, T.K., Wong, S.M. *Talanta*. **1998**, 45, 713-719
3. Brugnerotto, J. et al.; *Polymer*. **2001**, 42, 3569-3580
4. Desbrières, J., Martinez, C., Rinaudo, M. *Int. J. Biol. Macromol.* **1996**, 19, 21-28
5. Roberts, G.A.F. *Chitin Chemistry*. 1st ed. New York: MacMillan, **1992**, 100