



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO®



Instituto Tecnológico de Toluca

**“CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE AMPICILINA MEDIANTE LA ADSORCIÓN  
SOBRE PELÍCULA A BASE DE QUITOSANO”**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO  
EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**PRESENTA:  
LILIANA SARABIA ORTEGA**

**No. CONTROL:  
M23281648**

**DIRECTORA DE TESIS:  
DRA. ROSA ELVIRA ZAVALA ARCE**

**CO-DIRECTOR DE TESIS:  
DR. ALFREDO GARCIA GONZALEZ**

**METEPEC, ESTADO DE MÉXICO, DICIEMBRE DE 2025**



**Educación**  
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO



**Instituto Tecnológico de Toluca**  
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Metepec, Edo. de México, **05/Diciembre/2025**  
DEPI-3200-655/2025

**DR. JORGE SÁNCHEZ JAIME**  
**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS**  
**DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**

**P R E S E N T E**

Por este medio comunicamos a usted que la comisión Revisora designada para analizar la Tesis: **"CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE AMPICILINA MEDIANTE LA ADSORCIÓN SOBRE PELÍCULA A BASE DE QUITOSANO"**, que como parte de los requisitos para obtener el grado académico de **MAESTRA en CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL** presenta el **C. LILIANA SARABIA ORTEGA** con número de control **M23281648** para sustentar el acto de Recepción Profesional, ha dictaminado que dicho trabajo reúne las características de contenido y calidad para proceder a la impresión del mismo.

**A T E N T A M E N T E**

**DRA. ROSA ELVIRA ZAVALA ARCE**  
**DIRECTORA DE TESIS**

**DR. ALFREDO GARCÍA GONZÁLEZ**  
**CODIRECTOR DE TESIS**

**DRA. MARÍA DE LA LUZ JIMÉNEZ NÚÑEZ**  
**REVISORA DE TESIS**

**DR. PEDRO ÁVILA PÉREZ**  
**REVISOR DE TESIS**

ccp. Archivo  
JSJ/mcc



**2025**  
Año de  
La Mujer  
Indígena

Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Belavista, Metepec, Edo. de México,  
C.P. 52149, Tels. Dirección: 7222087205, Conmut.: 7222087200  
e-mail: info@toluca.tecnm.mx | tecnm.mx | toluca.tecnm.mx





**Educación**  
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO



**Instituto Tecnológico de Toluca**  
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Metepec, Edo. de México, 05/Diciembre/2025  
DEPI-3200-688/2025

**LILIANA SARABIA ORTEGA**  
**CANDIDATA AL GRADO DE MAESTRA**  
**EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**PRESENTE**

De acuerdo con los Lineamientos para la Operación de los Estudios de Posgrado en el Tecnológico Nacional de México y las disposiciones en este Instituto, habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora realizó con respecto a su Trabajo de Tesis titulado **"CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE AMPICILINA MEDIANTE LA ADSORCIÓN SOBRE PELÍCULA A BASE DE QUITOSANO"**, la División de Estudios de Posgrado e Investigación de este Instituto, concede la Autorización para que proceda al envío del trabajo final vía correo Institucional.

Sin más por el momento, quedo de usted.

**ATENTAMENTE**

**Excelencia en Educación Tecnológica®**

*"Educación, integridad y ciencia"*

  
**JORGE SÁNCHEZ JAIME**

**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**



ccp. Archivo  
JSJ/mccl

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a Dra. Rosa Elvira Zavala Arce, Dr. Alfredo García González, Dr. Pedro Ávila Pérez y Dra. María de la Luz Jiménez Núñez, por el tiempo y los conocimientos brindados durante mi formación y en el desarrollo de este trabajo. Su participación, desde distintos ámbitos académicos, contribuyó al cumplimiento de esta etapa profesional.

Agradezco a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (Secihti) por el apoyo financiero otorgado mediante la beca CVU 1315402, indispensable para la realización de esta investigación durante el periodo de estudios de maestría. Asimismo, al Cuerpo Académico “Estudios y Aplicaciones Ambientales de Materiales” del TecNM/ITToluca, y al proyecto 18313.23-P, financiado por el TecNM, cuyo financiamiento contribuyó al cumplimiento de las etapas metodológicas y técnicas previstas en este trabajo.

Al Instituto Tecnológico de Toluca (ITT) por el apoyo para acceder al laboratorio de síntesis de materiales del LIIA, a través de la División de Estudios de Posgrado e Investigación.



---

## **DEDICATORIA**

A Dios, por concederme la vida, la oportunidad de seguir aprendiendo.

A mis padres Josefina y Enrique, a quien amo profundamente, por su apoyo incondicional y guía.

A mis hermanos, Esther, Luz y Diego por acompañarme en cada etapa de mi vida, y a mis sobrinos, cuya alegría ilumina mis días.

Y de manera especial, a mis compañeros y amistades quienes me brindaron su apoyo constante y confiaron en mí incluso cuando yo dudaba. Su presencia fue esencial para llegar hasta aquí.



## RESUMEN

Este estudio investigó la eliminación de ampicilina en soluciones acuosas mediante películas de quitosano aprovechando la naturaleza biodegradable de este biopolímero, la ampicilina se utilizó como contaminante modelo por su presencia recurrente en cuerpos de agua y su baja toxicidad. Las películas se sintetizaron por evaporación de solvente y presentaron un contenido de humedad cercano al 70% y un punto de carga cero de 7.4 condiciones que favorecen el transporte de moléculas y la integración con especies cargadas del antibiótico las caracterizaciones mediante espectroscopía por Infrarojo por transformada de Fourier confirmaron la presencia de grupos funcionales típicos de quitosano, la incorporación de antibióticos tras el proceso de absorción y una estabilidad térmica del material hasta 200 °C. La banda característica de la ampicilina a 202 nm permitió su monitoreo por esto por espectrofotometría UV-Vis destacándose variaciones espectrales asociadas al pH, temperatura y tiempo lo que justificó el uso del área bajo la curva rea bajo la curva como método de cuantificación robusto ante escenarios de degradación del antibiótico. Los estudios de adsorción mostraron que las condiciones más favorables para la remoción fueron en pH 2 y pH 10, alcanzando capacidades máximas cercanas a 73 mg g<sup>-1</sup> alrededor de 60 h a 30 °C. El análisis cinético se observó que, según el pH, el proceso puede seguir mecanismos de pseudo-segundo orden relacionados con interacciones químicas o de pseudo-primer orden asociadas a fenómenos de difusión y fisisorción. El estudio de equilibrio reveló que el comportamiento del sistema se describe con mayor precisión mediante el modelo de Sips cuyo ajuste superó al de Langmuir y Freundlich, lo cual indica la posible existencia de zonas homogéneas y heterogéneas en las superficies del quitosano entrecruzado. El parámetro  $n > 1$  uno corroboró un proceso de adsorción favorable. Los resultados muestran que las películas de quitosano son absorbentes eficientes sostenibles y de bajo costo para la remoción de ampicilina y que la aplicación del método área bajo la curva en espectrofotometría UV-Vis constituye una herramienta confiable para la cuantificación de la concentración de ampicilina.



---

## ABSTRACT

This study investigated the removal of ampicillin from aqueous solutions using chitosan films, taking advantage of the biodegradable nature of this biopolymer. Ampicillin was used as a model contaminant due to its recurring presence in bodies of water and its low toxicity. The films were synthesized by solvent evaporation and exhibited a moisture content close to 70% and a zero-charge point of 7.4, conditions that favor the transport of molecules and integration with charged antibiotic species. Characterizations using Fourier transform infrared spectroscopy confirmed the presence of typical chitosan functional groups, the incorporation of antibiotics after the absorption process, and the material's thermal stability up to 200 °C. The characteristic ampicillin band at 202 nm allowed for its monitoring by UV-Vis spectrophotometry, highlighting spectral variations associated with pH, temperature, and time. This justified the use of the area under the curve as a robust quantification method for antibiotic degradation scenarios. Adsorption studies showed that the most favorable conditions for removal were pH 2 and pH 10, reaching maximum capacities close to 73 mg g<sup>-1</sup> after approximately 60 h at 30 °C. Kinetic analysis revealed that, depending on the pH, the process can follow pseudo-second-order mechanisms related to chemical interactions or pseudo-first-order mechanisms associated with diffusion and physisorption phenomena. Equilibrium studies revealed that the system's behavior is most accurately described by the Sips model, which outfitted the Langmuir and Freundlich models, indicating the possible existence of homogeneous and heterogeneous zones on the surfaces of the crosslinked chitosan. The parameter  $n > 1$  corroborated a favorable adsorption process. The results show that chitosan films are efficient, sustainable, and low-cost absorbers for ampicillin removal and that the application of the area under the curve method in UV-Vis spectrophotometry constitutes a reliable tool for quantifying ampicillin concentration.



## ÍNDICE

|                                                       |    |
|-------------------------------------------------------|----|
| RESUMEN.....                                          | 6  |
| ÍNDICE .....                                          | i  |
| INDICE DE TABLAS .....                                | iv |
| INDICE DE FIGURAS .....                               | iv |
| 1 INTRODUCCIÓN .....                                  | 1  |
| 2 FUNDAMENTOS.....                                    | 3  |
| 2.1 Contaminantes emergentes.....                     | 4  |
| 2.2 Ampicilina.....                                   | 4  |
| 2.3 Métodos de tratamiento de Agua Residual. ....     | 5  |
| 2.3.1 Biológicos .....                                | 6  |
| 2.3.2 Químicos .....                                  | 6  |
| 2.3.3 Físicos .....                                   | 7  |
| 2.3.4 Procesos Fisicoquímicos.....                    | 8  |
| 2.3.5 Adsorción.....                                  | 9  |
| 2.3.6 Adsorbentes .....                               | 10 |
| 2.4 Cinética de adsorción. ....                       | 10 |
| 2.4.1 Modelos cinéticos de adsorción .....            | 11 |
| 2.5 Isotermas de adsorción.....                       | 13 |
| 2.6 Quitosano.....                                    | 17 |
| 2.6.1 Peso Molecular.....                             | 19 |
| 2.7 Caracterización de la película de Quitosano ..... | 19 |
| 2.8 Humedad.....                                      | 20 |



|       |                                                                                           |    |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.9   | Microscopia electrónica de barrido .....                                                  | 20 |
| 2.10  | Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).....                         | 22 |
| 2.11  | Punto de carga cero.....                                                                  | 22 |
| 2.12  | pka de un compuesto.....                                                                  | 23 |
| 2.13  | Métodos de cuantificación de la ampicilina .....                                          | 23 |
| 2.14  | Espectrofotometría UV-VIS.....                                                            | 24 |
| 2.15  | Método del área bajo (ABCA) en Espectrofotometría UV-Vis.....                             | 25 |
| 3     | METODOLOGÍA.....                                                                          | 27 |
| 3.1   | Síntesis de película de quitosano .....                                                   | 28 |
| 3.2   | Estudios de adsorción.....                                                                | 29 |
| 3.2.1 | Pruebas preliminares de adsorción.....                                                    | 29 |
| 3.2.2 | Cinética de Adsorción .....                                                               | 30 |
| 3.2.3 | Isoterma de Adsorción .....                                                               | 31 |
| 3.3   | Caracterizaciones .....                                                                   | 31 |
| 3.3.1 | Determinación de humedad .....                                                            | 31 |
| 3.3.2 | Determinación de punto de carga cero .....                                                | 32 |
| 3.3.3 | Microscopía electrónica de barrido (SEM) de la superficie de Q-EDGE –<br>ampicilina ..... | 32 |
| 3.3.4 | Espectroscopia Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier .....                | 33 |
| 3.3.5 | Análisis Termogravimétrico.....                                                           | 33 |
| 3.3.6 | Determinación del pKa de la ampicilina .....                                              | 34 |
| 4     | DISCUSIONES Y RESULTADOS.....                                                             | 35 |
| 4.1   | Síntesis de película de quitosano .....                                                   | 35 |
| 4.2   | Estudios de adsorción.....                                                                | 35 |



|       |                                                                                                       |    |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.2.1 | Pruebas preliminares de adsorción.....                                                                | 36 |
| 4.2.2 | Cinética de Adsorción .....                                                                           | 42 |
| 4.2.3 | Isotermas de Adsorción.....                                                                           | 45 |
| 4.3   | Caracterizaciones de las películas de Quitosano.....                                                  | 48 |
| 4.3.1 | Determinación de humedad .....                                                                        | 48 |
| 4.3.2 | Determinación de punto de carga cero .....                                                            | 48 |
| 4.3.3 | Microscopía electrónica de barrido (SEM) de la superficie de la película de quitosano–ampicilina..... | 50 |
| 4.3.4 | Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) .....                                 | 51 |
| 4.3.5 | Análisis termogravimétrico .....                                                                      | 53 |
| 4.3.6 | Resultados Pka teórico .....                                                                          | 57 |
| 5     | CONCLUSIONES .....                                                                                    | 62 |
| 6     | FUENTES CONSULTADAS .....                                                                             | 65 |



## INDICE DE TABLAS

|                                                                                        |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabla 4.1 Efecto del hinchamiento de las películas de Q a diferentes pH .....          | 38 |
| Tabla 4.2 Valores de $q_e$ obtenidas a Ph 2, pH 7 y pH 10 .....                        | 43 |
| Tabla 4.3 Modelos cinéticos de adsorción Ampicilina mediante películas de Q-EDGE ..... | 47 |
| Tabla 4.4 Distribución de especies iónicas y sus pKa de la ampicilina .....            | 59 |

## INDICE DE FIGURAS

|                                                                                                                                  |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 2.1 Estructura química de la Ampicilina .....                                                                             | 5  |
| Figura 2.2 Mecanismos de adsorción representando las cuatro etapas, según Weber y Smith. Tomado de (García-González, 2016) ..... | 11 |
| Figura 2.3 Clasificación isothermas de adsorción. ....                                                                           | 16 |
| Figura 2.4 Representación de la estructura del quitosano. (Wu et al., 2024) .....                                                | 17 |
| Figura 2.5 Desacetilación de la Quitina. (Adaptado de Debnatg et al, 2022). ....                                                 | 18 |
| Figura 2.6 Interacción del haz de electrones con el espécimen en un microscopio electrónico de barrido (MEB) .....               | 21 |
| Figura 3.1 Diagrama general de la metodología para el desarrollar la experimental. ....                                          | 27 |
| Figura 3.2 Diagrama de la metodología para la caracterización de ampicilina .....                                                | 28 |
| Figura 3.3 Espectrofotómetro marca Jasco FT/IR-4X .....                                                                          | 33 |
| Figura 3.4 Equipo TA Dsc 250 Instrument Nbr 956501.901 .....                                                                     | 34 |
| Figura 4.1 Películas de quitosano seca .....                                                                                     | 35 |
| Figura 4.2 Variaciones en el porcentaje de remoción y en el área bajo la curva UV-Vis de la ampicilina en función del pH .....   | 37 |
| Figura 4.3 Banda característica de la ampicilina 202 nm .....                                                                    | 40 |



## 1 INTRODUCCIÓN

El agua es un elemento vital para la vida, su disponibilidad se ha visto afectada derivado de las actividades humanas que han contribuido a su deterioro. En los últimos años, se ha observado que productos químicos antes considerados inofensivos para el medio ambiente están causando impactos negativos, estas sustancias actualmente son nombradas contaminantes emergentes, dentro de los cuales se encuentran los productos farmacéuticos (PF) (Zhang *et al.*, 2023), como es la ampicilina, el cual es un antibiótico.

Los (PF) se caracterizan por ser usados extensamente en medicina humana y veterinaria y están conformados por diversos grupos de compuestos como antibióticos, analgésicos, antiinflamatorios, antidepresivos, entre otros (Checa *et al.*, 2021). Los productos farmacéuticos (PF) tienen la característica de que en concentraciones muy bajas inducen efectos fisiológicos en seres humanos y potenciales efectos adversos en la vida silvestre acuática y terrestre.

La excreción es el principal proceso fisiológico mediante el cual los fármacos y sus metabolitos son eliminados del cuerpo, e integrados a las aguas residuales tratadas en las plantas de tratamiento las cuales no cuentan con la capacidad de eliminar fármacos (Shi *et al.*, 2020). Lo que ha llevado a que su presencia sea reportada en sistemas de tratamiento de aguas residuales, aguas subterráneas, agua potable, aguas superficiales fluviales y marinas.

La presencia de fármacos en el agua, traen consigo efectos como contaminación de alimentos, contaminación de suelos, bioacumulación en alimentos, envenenamiento de especies acuáticas y resistencia bacteriana (RAM). Dentro de las principales causas de resistencia bacteriana se encuentra el uso excesivo e inadecuado de antibióticos, que trae como consecuencia la selección y la propagación de bacterias resistentes (Vanegas-Múnera & Jiménez-Quiceno, 2020).



La resistencia antimicrobiana se reconoce actualmente como uno de los problemas para la salud pública mundial. De acuerdo con el informe elaborado por O'Neill en 2016, si no se implementan medidas efectivas, para el año 2050 podrían registrarse hasta 10 millones de muertes anuales atribuibles a infecciones resistentes . (O'Neill., 2016). Por lo cual se requiere de nuevos métodos para tratar los efluentes contaminados con antibióticos

De lo anterior, este trabajo tuvo como objetivo evaluar la remoción de ampicilina mediante películas de quitosano, determinando condiciones óptimas de adsorción y su capacidad como material sustentable para la eliminación de ampicilina.

La información de este trabajo está conformada de la siguiente manera. En el apartado 1 se presentan los fundamentos teóricos que sustentan el desarrollo de la investigación, el apartado 2 describe la metodología experimental, detallando las pruebas y procedimientos realizados durante el proyecto. En el apartado 3 se exponen los resultados obtenidos y su correspondiente discusión, el apartado 4 reúne las conclusiones derivadas de esta investigación.



## 1 FUNDAMENTOS

El agua es fundamental para la vida, pero recientemente se han identificado contaminantes emergentes, como los productos farmacéuticos (PF), en las aguas residuales. Aunque se encuentran en bajas concentraciones (ng/L a µg/L), estos contaminantes tienen efectos perjudiciales a largo plazo para la salud humana y los ecosistemas, favoreciendo la resistencia bacteriana en el ambiente y afectando a la fauna acuática y terrestre (Zhang *et al.*, 2023). La excreción es el principal proceso fisiológico mediante el cual los fármacos y sus metabolitos son eliminados del cuerpo, e integrados a las aguas residuales tratadas en las plantas de tratamiento las cuales no cuentan con la capacidad de eliminar fármacos (Shi *et al.*, 2020).

Existen diversos métodos fisicoquímicos para el tratamiento de aguas contaminadas con fármacos, como la fotocátalisis y sonocatálisis (Mirzaei *et al.*, 2019). Entre estos, la adsorción ha demostrado ser uno de los métodos más eficaces, con estudios que señalan que la adsorción y la nanofiltración logran eliminar más del 80% de contaminantes como Diclofenaco, Carbamazepina, Paracetamol y Amoxicilina (Calla & Meza, 2021). Otro estudio específico sobre la adsorción de Ampicilina en una fibra de carbón activado a 800°C mostró que la capacidad de adsorción aumenta con la textura del adsorbente, y factores como el pH en el rango de 5 a 9 y la difusión en el volumen de poro influyen en la eficiencia del proceso (Ortiz, 2020).

La adsorción es un tratamiento preferido, porque es simple, rentable, no genera lodos y es reutilizable (Kumar *et al.*, 2022). Los adsorbentes comúnmente utilizados incluyen partículas inorgánicas, resinas poliméricas sintéticas, biopolímeros, entre otras. El quitosano es un material que presenta características adecuadas para la adsorción de colorantes, metales pesados y fármacos por sus características fisicoquímicas, bajo costo y biodegradabilidad (Balakrishnan *et al.*, 2023).

## 1.1 Contaminantes emergentes

Existen múltiples contaminantes que atentan contra la integridad de los ecosistemas, siendo los contaminantes emergentes (CE) los que han centrado la atención de la comunidad científica desde la década de 1990, al encontrarse estas sustancias sin estatus regulatorio y con efectos desconocidos en el ambiente (Wang *et al.*, 2024). Los CE son sustancias que pueden causar efectos a la ecología y a la salud humana, a pesar de que sus concentraciones sean bajas ( $\mu\text{g/L}$  y  $\text{ng/L}$ ). Estas sustancias no están incluidas en las redes de monitoreo ambientales de rutina y muchas plantas de tratamiento de aguas residuales (PTAR) no están construidas o adaptadas para hacer frente a estos contaminantes (Milquez & Montagut, 2023).

## 1.2 Ampicilina

En 1928, Alexander Fleming observó por primera vez la naturaleza bactericida de la penicilina en una muestra contaminada de *staphylococcus aureus* usando *penicillium notatum*. Posteriormente, se realizaron las primeras pruebas de este medicamento en 1940 y esto originó el término antibiótico. Las primeras penicilinas se sintetizaban mediante fermentaciones y eran una combinación de Fenoximetilpenicilina (Penicilina V) y Bencilpenicilina (Penicilina G) (Chhabra *et al.*, 2024).

El aumento en la resistencia de las bacterias impulsó el desarrollo de otros medicamentos, dando origen a nuevas generaciones de penicilinas con estructuras muy similares a las de sus predecesoras, entre las cuales se encuentran la Ampicilina ( $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$ ) y Amoxicilina ( $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$ ). El núcleo activo de las penicilinas también conocido como farmacóforo tiene  $\beta$ -lactama o anillo  $\beta$ -lactámico.

La Ampicilina (AMP) se diferencia de la Bencilpenicilina únicamente en la adición de un grupo amino a la estructura, que hace que también sea efectiva contra bacterias de tipo

gramnegativa, denominándose antibiótico de amplio espectro. La fórmula química de este fármaco Figura 2.1 está compuesta por tres estructuras principales que son: un anillo de tiazoladina, un grupo bencilamida y una  $\beta$ -lactama; por esta última, a las penicilinas se les conoce como antibióticos  $\beta$ -lactámicos (Arteaga & Lozada 2024). La estabilidad de los antibióticos betalactámico depende directamente de su estructura química y es altamente sensible a las condiciones ambientales su anillo betalactámico esencial para la actividad biológica puede degradarse ante variaciones de pH temperatura o exposición a la luz incluso cambios leves en el entorno pueden acelerar su hidrólisis y modificar su reactividad la ampicilina y otras penicilinas esto es mecanismo de desestabilización además de su subjetividad al PH son compuestos termo sensibles y fotosensibles lo que favorece su degradación de sus condiciones adversas (Sarmiento & Soledad,2021)

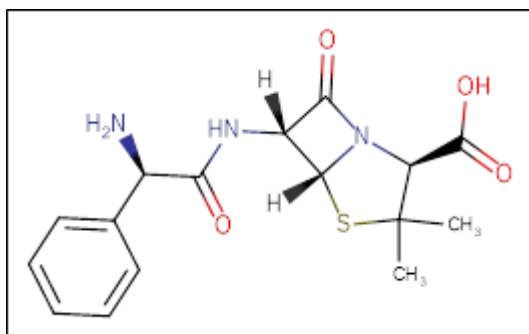


Figura 1.1 Estructura química de la Ampicilina.

### 1.3 Métodos de tratamiento de Agua Residual.

La Organización Mundial de la Salud (OMS) define el agua contaminada como aquella que sufre cambios en su composición hasta quedar inservible (OMS, 2017).

El agua se considera contaminada cuando su composición natural ha sido modificada por la presencia de compuestos que resultan perjudiciales, los cuales pueden poner en riesgo tanto el equilibrio de los ecosistemas como el bienestar del ser humano. Lo cual generan desequilibrios biológicos, afectan la supervivencia de especies y por lo cual es



necesario la aplicación de tratamientos para recuperar su funcionalidad y seguridad (García & Álvarez, 2014).

Se le llama agua residual a la fracción líquida de los residuos sólidos y líquidos generados por una comunidad la cual contiene una combinación de residuos líquidos, microorganismos patógenos, nutrientes y compuestos tóxicos, que se desprende de la comunidad una vez que ha sido contaminada durante los diferentes usos para los cuales ha sido empleada, procedente tanto de residencias como de instituciones públicas y establecimientos industriales y comerciales, a los que pueden agregarse eventualmente, aguas subterráneas, superficiales y pluviales (Metcalf, 2015).

### **1.3.1 Biológicos**

El tratamiento biológico corresponde al uso de comunidades microbianas que, mediante sus rutas metabólicas, transforman los contaminantes presentes en el agua residual en biomasa y productos menos dañinos. Al emplear estos compuestos como sustratos energéticos, los microorganismos logran disminuir la carga contaminante y mejora la calidad del efluente tratado (Matías *et al.*, 2023).

### **1.3.2 Químicos**

Son aquellos métodos que dependen de las propiedades químicas del contaminante o reactivo incorporado al agua. Podemos destacar la eliminación del hierro y del oxígeno, la eliminación de fosfatos y nitratos, la coagulación, los procesos electroquímicos, la oxidación o intercambio de iones.

- a) Coagulación: Proceso químico en el que se agregan sustancias coagulantes con la finalidad de neutralizar las cargas eléctricas de las partículas coloidales presentes en el agua. Al perder su estabilidad, estas partículas pueden juntarse



y formar agregados mayores que luego serán removidos. Implica la adición de un químico coagulante o coagulantes con el fin de acondicionar la materia suspendida, coloidal y disuelta para el procesamiento subsiguiente mediante floculación (Ramalho, 1990).

- b) Floculación: etapa en la que partículas previamente desestabilizadas durante la coagulación se agrupan y forman agregados de mayor tamaño llamados flóculos. Estos flóculos se originan gracias a la acción de agentes floculantes y al movimiento controlado de agua, lo que permite que las partículas se unan entre sí y puedan ser eliminadas posteriormente por sedimentación u otros procesos físicos (Ramalho, 1990).
- c) Oxidación: La oxidación es un proceso químico en el cual añade el agua un agente oxidante capaz de reaccionar directamente con los contaminantes presentes. Esta reacción modifica la estructura química de las sustancias, convirtiéndolos en compuestos más simples o menos perjudiciales, lo que facilita su eliminación en etapas posteriores del tratamiento (Ramalho, 1990).

### 1.3.3 Físicos

Comprenden operaciones que se separan o retienen sólidos y otras impurezas a partir de sus propiedades físicas, como tamaño, densidad o velocidad de sedimentación. Son aquellos métodos en los que se aplica una separación física, generalmente de sólidos. Estos métodos suelen depender de las propiedades físicas de los contaminantes, como la viscosidad, tamaño de partículas y flotabilidad entre otros (Jiménez *et al.*, 1996; Metcalf & Eddy, 2015). A continuación, se expone en que consiste cada uno de ellos:

- a) Desbaste: Operación inicial del tratamiento de aguas residuales y se encarga de retener los sólidos de mayor tamaño mediante rejillas o mallas que actúan



como barreras mecánicas. Su función principal es proteger los equipos posteriores retirando materiales gruesos arrastrados por el flujo (Jiménez *et al.*, 1996; Metcalf & Eddy, 2015).

- b) Sedimentación o decantación: La sedimentación es un proceso físico que utiliza la acción de la gravedad para separar partículas más densas que el agua, las cuales descienden y se acumulan en el fondo del sedimentador. Esta operación permite clarificar el agua al reducir la cantidad de sólidos suspendidos (Jiménez *et al.*, 1996; Metcalf & Eddy, 2015).
- c) Filtración: Consiste en hacer pasar el agua a través de un medio poroso, como arena grava o materiales sintéticos con el fin retener partículas finas y sólidos en suspensión que no pudieron eliminarse en etapas previas del tratamiento (Jiménez *et al.*, 1996; Metcalf & Eddy, 2015).
- d) Flotación: Operación en el que se introduce microburbujas de aire que se adhieren a partículas ligeras del agua residual, otorgándoles flotabilidad y permitiendo que asciendan a la superficie para su posterior remoción (Jiménez *et al.*, 1996; Metcalf & Eddy, 2015).

#### 1.3.4 Procesos Fisicoquímicos

Estos procesos combinan mecanismos físicos y reacciones químicas para permitir la eliminación de contaminantes disueltos, coloidales o emergentes. Los procesos incluidos en este amplio grupo abarcan desde la sedimentación hasta la desinfección, así como la precipitación o adsorción. Muchas operaciones unitarias, como la coagulación, la floculación y la sedimentación, se utilizan tanto en el tratamiento de agua

potable como de aguas residuales, mientras que otras se limitan a un solo ámbito: el proceso o las aguas residuales. (Ordóñez, 2011).

### 1.3.5 Adsorción

Este fenómeno de concentración de una sustancia sobre la superficie de un sólido o líquido se denomina adsorción. Es el fenómeno de concentración de una sustancia sobre la superficie de un sólido o líquido, y la sustancia atraída hacia la superficie se llama fase adsorbida, mientras que aquella a que se adhiere es el adsorbente (Maron & Prutton, 2002). En este proceso de transferencia de masa los contaminantes presentes quedan retenido mediante interacciones físicas o químicas (Wang & Guo, 2020) .Los tipos de adsorción más conocidos:

- a) Fisorción: en la adsorción física, las fuerzas que ligan el ion o molécula a la superficie provienen de interacciones dipolares, este tipo de interacción es típicamente débil e involucra, por ejemplo, las fuerzas de Van der Waals fuerzas de dispersión London. La adsorción física es una reacción reversible no específica, es decir, el adsorbato se desorbe en respuesta a que disminuye la concentración de la solución o es desplazada por una especie adsorbida con mayor fuerza. La adsorción física es exotérmica, con un calor de adsorción que suele ser de 4 a 40 kJ/mol, es completamente reversible, es menos específica en el caso de compuestos que se adsorben a sitios de la superficie, tiene fuerzas y energía de enlace más débiles que opera sobre distancias más largas (multicapas) (Kaczorowska & Bożejewicz, 2024).
- b) Quimisorción: ocurre un enlace químico entre el adsorbente y el adsorbato. El calor de la adsorción quimioadsorción suele ser mayor de 200kJ/mol. Además, suele ser irreversible, y la desorción, si ocurre, va acompañada de un cambio químico en el adsorbato ya que se basa en reacciones químicas entre el

adsorbato y el adsorbente que conducen a la formación de enlaces iónicos o covalentes (Kaczorowska & Bożejewicz, 2024).

- c) Intercambio iónico: un proceso en el cual iones presentes en el agua se unen a grupos funcionales sobre la superficie de un sólido por fuerzas electrostáticas intercambiados por iones fijados (Jiménez *et al.*, 1996).

### 1.3.6 Adsorbentes

El sólido en cuya superficie se produce la adsorción se denomina adsorbente o sustrato (Levine, 1988). Los adsorbentes son materiales sólidos capaces de retener moléculas, iones o compuestos orgánicos presentes en fases líquidas o gaseosas mediante el proceso de adsorción. Se caracterizan por su alta área superficial específica, estructura porosa y una distribución de grupos funcionales activos que favorecen la interacción con el adsorbato (Valladares *et al.*, 2017). Entre los adsorbentes más utilizados son gel de sílice, alúmina activada, zeolitas, polímeros o resinas sintéticas y quitosano.

## 1.4 Cinética de adsorción.

La cinética de adsorción se define como la velocidad con la que se alcanza el equilibrio de adsorción, por lo que describe la razón de adsorción del soluto lo que controla el tiempo de residencia de la adsorción del sorbato en la interfase sólido-líquido. Proporcionan información sobre la tasa de adsorción el rendimiento y los mecanismos de transferencia de masa (Bouaziz *et al.*, 2023).

Dentro del proceso de adsorción, la transferencia de un soluto desde la fase líquida hacia los sitios activos de un adsorbente ocurre mediante cuatro etapas sucesivas, representada en la Figura 2.2. Estas etapas incluyen la transferencia inicial desde el líquido hacia una película cercana al sólido adsorbente (etapa rápida), la transferencia

a través de la película líquida próxima a la superficie externa del adsorbente (transferencia de masa externa), la difusión del compuesto hacia el interior de la partícula adsorbente (difusión intrapartícula) y, finalmente, la adsorción propiamente dicha, que es una etapa rápida. En este contexto, la cantidad adsorbida en función del tiempo ( $q_t$ ) se define como la cantidad de sorbente removida por unidad de masa del adsorbente en un instante  $t$ , y constituye una variable fundamental para describir la velocidad y el mecanismo del proceso de adsorción. La cantidad adsorbida de adsorbente  $q_t(\text{mg/g})$  se calcula mediante la ecuación (Ec. 1.1).

$$q_t = \frac{(C_0 - C_t)V}{m} \quad (\text{Ec. 1.1})$$

Donde  $C_0$  es la concentración inicial del colorante,  $C_t$  la concentración en  $\left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)$  en el tiempo  $t$ ,  $V$  es el volumen de solución (L) y  $m$  es la masa del sorbente (g).

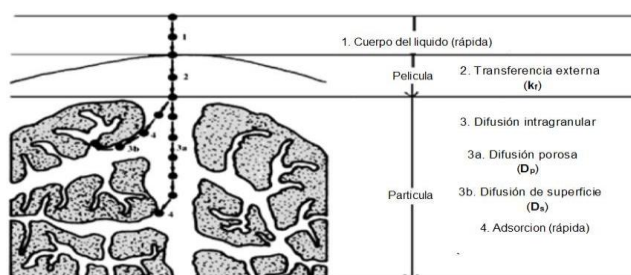


Figura 1.2 Mecanismos de adsorción representando las cuatro etapas, según Weber y Smith. Tomado de (García-González, 2016)

#### 1.4.1 Modelos cinéticos de adsorción

Las cinéticas de absorción se pueden escribir mediante modelos cinéticos los cuales son , pseudo primer orden y pseudo segundo orden.

##### Modelo cinético de pseudo primer orden

Modelo originalmente propuesto por Lagergren y modificado por Ho y McKay, plantea que la velocidad de absorción en función del tiempo es proporcional a la diferencia entre la capacidad de absorción en el equilibrio ( $q_e$ ) y la cantidad adsorbida en un momento específico ( $q_t$ ) (Wang & Guo, 2023), este modelo sugiere un proceso de fisisorción (absorción física) donde la difusión es el paso de control de la velocidad está representado por la Ec 1.2.

$$\frac{dq_t}{dt} = K_1(q_e - q_t) \quad (\text{Ec. 1.2})$$

Donde  $q_t$  es la capacidad de adsorción en el tiempo de equilibrio  $t$  en (mg/g),  $q_e$  la capacidad de adsorción en el equilibrio (mg/g),  $K_1$  constante de velocidad de adsorción de Lagergren (1/min),  $t$  tiempo (h)

La Ec 1.3 muestra su expresión en forma lineal.

$$q_t = q_e(1 - e^{-kt}) \quad (\text{Ec. 1.3})$$

Donde  $q_t$  es la capacidad de adsorción en el tiempo de equilibrio  $t$  en (mg/g),  $q_e$  es la capacidad de adsorción en el equilibrio en (mg/g),  $K$  constante cinética del modelo pseudo primer orden (cuyo acrónimo en inglés es PFO) en (1/min) de velocidad de adsorción de Lagergren (1/min),  $t$  tiempo en (h),  $e^{-kt}$  es el término exponencial de velocidad en unidades adimensionales.

### Modelo cinético de pseudo segundo orden

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (\text{Ec. 1.4})$$

Donde:  $q_t$  es la capacidad de adsorción al tiempo  $t$  en (mg/g),  $q_e$  capacidad de adsorción en el equilibrio en (mg\*g<sup>-1</sup>),  $t$  tiempo en (h),  $K_2$  constante cinética de Pseudo segundo orden (cuyo acrónimo en inglés es PSO) en (g\*mmol<sup>-1</sup>\*min<sup>-1</sup>) (Wang & Guo, 2023). La ecuación linealizada está representada por la Ecuación 1.5

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} \quad (\text{Ec. 1.5})$$

Donde:

$t$  es el tiempo de contacto entre el adsorbente y la solución en (min u h).

$q_t$  es la cantidad de soluto adsorbida por unidad de masa de adsorbente en un tiempo  $t$ . en (mg )de adsorbato o (g )de adsorbente (mg/g),  $q_e$  es la capacidad de adsorción en equilibrio; cantidad máxima que el adsorbente puede retener en (mg/g),  $k_2$  es la constante cinética del modelo de pseudo-segundo orden, relacionada con la velocidad del proceso en (g\*mg<sup>-1</sup>\*min<sup>-1</sup>) o ( g\*mg<sup>-1</sup>\*h<sup>-1</sup> ),  $1/(k_2 * q_e^2)$  es la ordenada al origen de la gráfica lineal,  $t/q_t$  es el tiempo requerido para adsorber una cantidad unitaria de soluto en el instante  $t$  en (min\*g/mg) o( h\*g/mg),  $1/(k_2 * q_e^2)$  es la ordenada al origen de la gráfica lineal en (min\*g/mg) o( h\*g/mg),  $t/q_e$  es el término proporcional al tiempo, cuya pendiente es  $1/q_e$ .

### 1.5 Isotermas de adsorción.

Las isotermas de adsorción representan la distribución de adsorbato entre la fase fluida y el adsorbente en el equilibrio. En ellas se representa la cantidad de contaminante adsorbido por unidad de masa de adsorbente, o lo que es lo mismo, la capacidad de adsorción en el equilibrio ( $q_e$ ) frente a la concentración en equilibrio en la fase líquida ( $C_e$ ) (García *et al.*, 2019).



Una isoterma de adsorción es característica de un sistema específico a una temperatura determinada y es una fuente primaria de información en los procesos de adsorción.

La cantidad de material adsorbido por unidad de peso de adsorbente es mayor cuanto mayor es la concentración, sin embargo, esta relación no es directamente proporcional (Suzuki, 1990). Generalmente una isoterma es favorable si posee una forma convexa y desfavorable si su forma es cóncava. A efectos prácticos, una isoterma puede ser usada para selección el tipo apropiado de adsorbentes a emplear en el proceso determinado, para estimar la vida útil de este y para evaluar la capacidad de adsorción remanente de un adsorbente en un flujo continuo de operación.

Las isotermas de adsorción son descritas matemáticamente de diferentes formas algunas de las cuales son empíricas donde se correlacionan datos experimentales en una ecuación simple. Cuatro de las expresiones matemáticas más comúnmente usadas en el estudio del equilibrio de adsorción son las isotermas de Freundlich, Langmuir, Sips, (Langmuir-Freundlich) y el modelo de Guggenheim-Anderson-De Boer (GAB).

El modelo de Langmuir, descrito por la Ecuación 1.6, asume que el proceso de adsorción tiene lugar en monocapa, que la superficie del adsorbente es energéticamente homogénea, y que las moléculas se adsorben en sitios activos bien definidos, separados uno de otro la distancia suficiente como para no permitir la interacción entre las moléculas adsorbidas en sitios adyacentes. En este modelo se establece el concepto de capacidad de adsorción máxima en la monocapa,  $q_{sat}(\frac{mg}{g})$ , que a su vez depende de la constante  $b$  en  $(L \cdot mg^{-1})$  relacionada con la afinidad adsorbato-adsorbente (Shukla, 2005).

$$q_e = \frac{q_{sat} b C_e}{1 + b C_e} \quad (Ec. 1.6)$$

Donde  $q_e$  es la capacidad de adsorción en equilibrio en ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ),  $q_{\text{sat}}$  es la capacidad máxima de adsorción (monocapa) en ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ),  $b$  es la constante de afinidad de Langmuir en ( $\text{L}\cdot\text{mg}^{-1}$ ) y  $C_e$  es la concentración del soluto en equilibrio en ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

Por otra parte, el modelo de Freundlich es un modelo empírico que se aplica a procesos de adsorción en multicapa donde la superficie del material se considera energéticamente heterogénea. La Ecuación 1.7 describe el modelo de Freundlich, donde  $K_F$  ( $\text{L}\cdot\text{g}^{-1}$ ) y  $n_F$  son parámetros característicos del mismo  $K_F$  está relacionada con la capacidad del proceso de adsorción o la heterogeneidad de la superficie del adsorbente: en general, valores de  $n_F > 1$  indican que las condiciones de adsorción son favorables (Haghseresht, 1998).

$$q_e = k_F C_e^{\frac{1}{n_F}} \quad (\text{Ec. 1.7})$$

Donde  $k_F$  es la constante de Freundlich (capacidad de adsorción) en ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ) ( $\text{L}/\text{mg}$ )<sup>(1/ $n_F$ )</sup>,  $n_F$  es la intensidad o heterogeneidad de la adsorción (adimensional),  $q_e$  es la capacidad de adsorción en equilibrio en ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ),  $C_e$  es la concentración del soluto en equilibrio en ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ).

La ecuación de Sips (ecuación 1.8) se postula asumiendo la heterogeneidad de la superficie del adsorbente y definiendo un número de sitios activos donde las moléculas de adsorbato interactúan con la superficie del adsorbente. La diferencia entre el modelo de Langmuir y el de Sips es la inclusión de un parámetro adicional,  $n$ , de tal manera que cuando el valor de  $n=1$ , la isoterma de Sips se reduce a la isoterma de Langmuir, indicando un comportamiento homogéneo. Por tanto,  $n$  puede definirse como una medida de la heterogeneidad del sistema de adsorción, la cual puede deberse al adsorbente, al adsorbato o a ambos (García et al., 2019). Cuanto mayor es el valor de  $n$ , mayor es la heterogeneidad del sistema

$$q_e = \frac{q_{\text{sat}} (bC_e)^{\frac{1}{n}}}{1 + (bC_e)^{\frac{1}{n}}} \quad (\text{Ec. 1.8})$$

Donde:

$q_e$  es la capacidad de adsorción en equilibrio en mg de soluto por g de adsorbente ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ),  $q_{\text{sat}}$  es la capacidad máxima de adsorción o capacidad de saturación en ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ),  $b$  es la constante de afinidad del modelo Sips en ( $\text{L} \cdot \text{mg}^{-1}$  o  $\text{L} \cdot \text{mmol}^{-1}$ ) según el sistema,  $C_e$  es la concentración del soluto en equilibrio ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ),  $N$  es el parámetro de heterogeneidad o intensidad de adsorción (Adimensional).

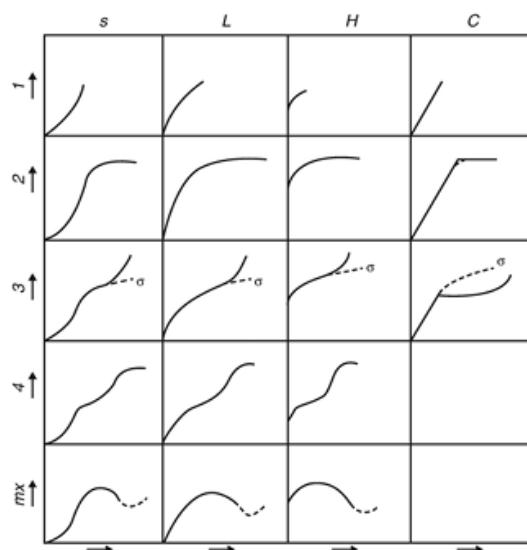


Figura 1.3 Clasificación isothermas de adsorción.

La figura 2.3 se observa la clasificación las isothermas tipo S hacen referencia a proceso de adsorción donde las moléculas adsorbidas tienen una orientación vertical sobre la superficie del adsorbente las curvas L, o tipo Langmuir, hacen referencia a procesos donde la adsorción es multicapa o donde los iones son adsorbidos con una orientación vertical con fuertes fuerzas de atracción. En cuanto a las curvas H, se refieren a procesos donde se da una afinidad en la adsorción que puede ser atribuida a la naturaleza hidrófoba del adsorbato. Las curvas C, por su parte, son curvas lineales que

representan procesos en los que el soluto penetra en el sólido más rápidamente que el solvente. Estos cuatro grupos de isothermas pueden ser a su vez divididos en otros subgrupos, descritos de acuerdo con la forma del tramo de la curva más alejado del origen.

## 1.6 Quitosano

El quitosano (Q), Figura 2.4 es un biopolímero lineal de D-glucosamina y N-acetil D-glucosamina en un enlace  $\beta$ -(1-4), en el que la glucosamina es la unidad de repetición predominante (Barbosa et al., 2017).

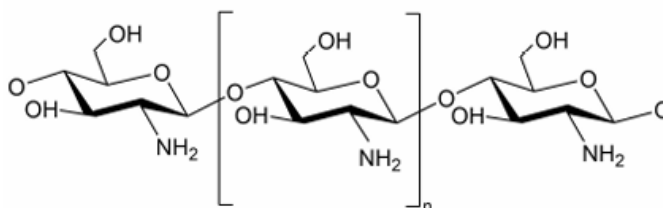


Figura 1.4 Representación de la estructura del quitosano. (Wu *et al.*, 2024)

Este biopolímero proviene de la quitina, segundo polisacárido más abundante en la naturaleza después de la celulosa, presente en las paredes celulares de ciertos hongos y levaduras, en las plantas como equivalente a la celulosa, y en muchos grupos de invertebrados como moluscos y artrópodos como soporte fibroso de la fase mineral inorgánica de su exoesqueleto. La principal obtención de la quitina es mediante la producción industrial de este biomaterial prácticamente se basa en el tratamiento de las conchas de diversos tipos de crustáceos (camarones, langostas, cangrejos y krill) debido a la facilidad de encontrar estos materiales como desecho de las plantas procesadoras de estas especies (Romero, 2020).

La obtención del quitosano se da mediante la desacetilización de la quitina, el proceso consiste en eliminar el grupo acetilo de la parte estructural del polímero esto se observa en la Figura 2.5 desacetilización de la Quitina.

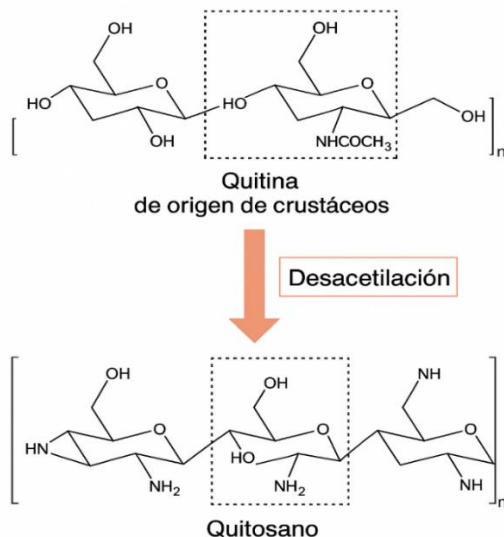


Figura 1.5 Desacetilación de la Quitina. (Adaptado de Debnatg *et al*, 2022).

El quitosano, por otra parte, es soluble en medios ácidos comportándose como un polícatión. Esto lo diferencia de otros biopolímeros ya que es una característica poco usual en los mismos. Sus características fisicoquímicas, en particular su estructura química, le permiten formar soluciones y obtener diversos materiales a partir de las mismas, con propiedades funcionales de gran interés en la investigación (Romero-Serrano & Pereira, 2020).

Investigaciones realizadas han mostrado que el quitosano es ampliamente utilizado como un adsorbente ecológico y eficiente para tratamiento de aguas residuales. Se han desarrollado diferentes morfologías y estructuras de adsorbentes basados en quitosano para la eliminación de colorantes, tales como polvo, perlas, películas, hidrogeles, aerogeles, membranas nanofibrosas, entre otros (Wu *et al.*, 2024), también el quitosano



es prometedor para la preparación de hidrogeles, que se utilizan ampliamente en los campos de la medicina, la administración de fármacos (Liang *et al.*, 2024).

Las características fisicoquímicas de las cadenas poliméricas del quitosano varían de acuerdo con la materia prima de la que se extraen y al proceso al que fueron sometidas para su extracción (Romero-Serrano & Pereira, 2020). A continuación, se explican estas características del quitosano.

### 1.6.1 Peso Molecular

El peso molecular es la masa promedio de las cadenas poliméricas que componen la materia (McKeen, 2010), representa un parámetro crucial que se evalúa frecuentemente debido a su impacto significativo en las propiedades del material ya que determina la viscosidad, solubilidad, cristalinidad, biodegradación, tasa de degradación, propiedades físicas, estructurales y mecánicas del polímero (Barbosa *et al.*, 2017).

El peso molecular del quitosano puede oscilar entre 300 y más de 1000 kD (kilodaltons), dependiendo de su fuente y del procedimiento de preparación utilizado. Según su peso molecular, el quitosano se clasifica en tres tipos: quitosano de alto peso molecular (APM, >700 kDa), quitosano de peso molecular medio (PMM, 150–700 kDa) y quitosano de bajo peso molecular (BPM, <150 kDa) (Román-Doval *et al.*, 2023).

## 1.7 Caracterización de la película de Quitosano

Los métodos principales para caracterizar la película de quitosano en este proyecto son % de humedad, microscopio electrónico de barrido (MEB), espectrofotómetro de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), punto de carga cero.

## 1.8 Humedad

Se define como la cantidad de agua retenida dentro de la estructura del material, ya sea físicamente atrapada entre las cadenas o vinculada mediante interacciones intermoleculares. Es contenido de agua influye directamente en propiedades como la solución, la estabilidad térmica, la organización cristalina y la capacidad de hinchamiento del polímero, debido a que el agua las interacciones entre las cadenas y modifica su comportamiento estructural y funcional (Barbosa *et al*, 2017).

La determinación de la humedad se basa en realizar un primer pesaje, posteriormente secar la muestra, después de un determinado tiempo hay que realizar un segundo pesaje, para que por diferencia de pesos se identifique la cantidad de humedad que se ha evaporado se hace lo siguiente:

$$\%H = \left( \frac{m_1 - m_2}{m_2} \right) (100) \quad (\text{Ec. 1.9})$$

Donde  $m_1$  es la masa de la muestra húmeda y  $m_2$  es la masa seca.

Los resultados obtenidos se organizan en una tabla donde se registran los pesajes iniciales ( $m_1$ ), los pesajes finales ( $m_2$ ) y el porcentaje de humedad calculado para cada una de las películas evaluadas.

## 1.9 Microscopia electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido (MEB) constituye una técnica ampliamente utilizada para examinar la morfología de materiales tanto sólidos como naturaleza más suave, gracias a la diversidad de modos de análisis que incorporan (Wightman, 2022).

Emplea un haz de electrones de alta energía que interactúa con la superficie del material, generando señales como electrones secundarios y retrodispersados.

El análisis de estas señales permite reconstruir imágenes de gran aumento y resolución, proporcionando información sobre la topografía, la morfología, y en algunos casos, características estructurales y composicionales de la muestra. Aunque en teoría es posible alcanzar resoluciones extremadamente altas debido a las naturales del haz electrónico, en la práctica la resolución efectiva suele ser del orden de 1-2 nm, permite observar su estructura superficial, la distribución de poros y los cambios derivados de procesos de modificación o adsorción. El microscopio electrónico de barrido (MEB) es un instrumento que crea imágenes ampliadas que revelan información a escala microscópica sobre el tamaño, forma, composición, cristalografía y otras propiedades físicas y químicas de una muestra (Venkateshaiah *et al.*, 2020).

La figura 2.6 muestra el diagrama de el microscopio electrónico de barrido en donde la muestra generalmente es recubierta con una capa de carbón o una capa delgada de un metal como el oro para darle propiedades conductoras a la muestra. Posteriormente es barrida con los electrones acelerados que viajan a través del cañón. Un detector mide la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra, siendo capaz de mostrar figuras en tres dimensiones, proyectados en una imagen una imagen digital. Su resolución está entre 4 y 20 nm, dependiendo del microscopio (Wightman, 2022).

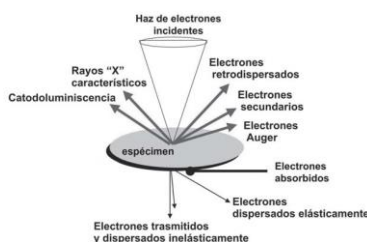


Figura 1.6 Interacción del haz de electrones con el espécimen en un microscopio electrónico de barrido (MEB)



### 1.10 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) constituye en una herramienta esencial para la caracterización estructural del quitosano, Ya que permite identificar los grupos funcionales y los tipos de enlaces presentes en estructura química. Hoy esta técnica se basa en la detección de vibraciones moleculares que se generan cuando los enlaces absorben radiación infrarroja o frecuencias específicas mediante la aplicación de transformada de Furrier, es posible convertir la señal espectral en un formato más preciso y con mejor resolución, lo que facilita la interpretación de las bandas características del polímero (Dziedzix & Kertmen, 2023).

En el análisis de quitosano, hoy el FTIR resulta especialmente útil para comparar aspectos antes y después de un tratamiento químico evaluar la pureza del material y corroborar la presencia de grupos funcionales propios de su estructura, como los estiramientos O-H, N-H, C-H y las bandas asociadas a amidas. La localización y la intensidad de estas señales permite identificar variaciones estructurales como el grado de desactivación, además de distinguir diferencias entre quitosano de distintos orígenes biológicos por ello esta técnica es un método confiable y ampliamente empleado para validar la calidad y las modificaciones químicas del quitosano en estudios de síntesis, caracterización y aplicaciones (Dziedzic & Kertmen, 2023).

### 1.11 Punto de carga cero

El punto de carga cero ( por su acrónimo en ingles PZC), se define como el valor del pH en el cual la carga neta total (externa e interna) de las partículas sobre la superficie del material adsorbente es neutra, es decir, el número de sitios positivos y negativos es igual a cero (Nonfodji, *et al.*, 2020).

### 1.12 pKa de un compuesto

Se trata de una medida de acidez, calculada mediante el logaritmo negativo ( $-\log$ ) de la constante de disociación ácida  $K_a$  es decir que  $pK_a$  es una magnitud que refleja cómo tienden las moléculas de una solución acuosa a disociarse.

Lo que hace el  $pK_a$  es describir el nivel de ionización y reflejar la aceptación o la donación de protones frente a un valor concreto de pH. La constante de disociación del ácido es  $K_a$ ,  $pK_a$  es el logaritmo negativo o  $-\log$  de la constante en cuestión (Maron & Prutton, 2002).

### 1.13 Métodos de cuantificación de la ampicilina

La cuantificación de ampicilina en soluciones acuosas requiere métodos analíticos específicos debido a su susceptibilidad a la hidrólisis e interferencia generada por matrices complejas. En la literatura se describe diversas técnicas empleadas para su determinación entre ellas la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), utilizada con columnas C18 y detección UV en 230 nm para garantizar precisión y reproducibilidad en la cuantificación del antibiótico (Maturano-Carrera *et al.*, 2025), así como la cromatografía de intercambio iónico aplicada a otros compuestos presentes en sistemas biológicos. Otros enfoques incluyen el uso de polímeros de impronta molecular combinados con extracción en fase sólida (MISPE), los cuales permiten un reconocimiento molecular altamente selectivo gracias a cavidades específicas dentro del polímero (Sarmiento & Soledad, 2021). Asimismo, métodos avanzados como LC-MS/MS, UHPLC-MS/MS, electroforesis capilar, espectroscopia Raman y biosensores se han empleado para la detección de residuos antibióticos en matrices alimentarias y ambientales debido a su alta sensibilidad (Dawadi *et al.*, 2021). No obstante, la espectroscopia UV-Visible continúa siendo una alternativa ampliamente utilizada debido a su simplicidad operativa, bajo costo y capacidad para obtener mediciones confiables sin requerir instrumentación altamente especializada, lo cual la convierte en un método

adecuado para estudios ambientales y de laboratorio orientados a la cuantificación de ampicilina.

### 1.14 Espectrofotometría UV-VIS

La espectrofotometría UV-Visible es una técnica analítica ampliamente utilizada para cuantificación de compuestos químicos, biológicos, orgánicos e inorgánicos en solución. Su principio se basa en medir la cantidad de luz absorbida para una sustancia cuando un haz de radiación atraviesa la muestra; dicha absorbancia es proporcional a la concentración de analito, conforme a la ley de Beer-Lambert (Prasad *et al.*, 2024).

Un espectrofotómetro está constituido por diversos componentes esenciales una fuente de luz, un sistema óptico de enfoque, un monocromador, una cubeta de absorción, un fotodetector y un dispositivo de visualización. La luz emitida esta focalizada mediante lentes y posteriormente dirigida hacia el monocromador, el cual selecciona un intervalo estrecho de longitudes de onda para garantizar mediciones específicas y reproducibles.

La luz monocromática atraviesa la cubeta que contiene la muestra. Las cubetas pueden ser de vidrio, plástico, sílice fundida o cuarzo, siendo estas últimas indispensables para mediciones en la región UV, ya que no absorben radiación por debajo de 35 nm. Al pasar por la muestra, parte de la radiación es absorbida dependiendo de la estructura y de los grupos funcionales presentes (Ávila *et al.*, 2021).

El fotodetector recibe la luz transmitida y genera una señal eléctrica proporcional a la intensidad detectada. La transmitancia óptica (T) se define como la relación entre la intensidad transmitida y la intensidad incidente, mientras que la absorbancia (A) se obtiene a partir del logaritmo negativo de T

$$A = -\log T \quad (\text{Ec. 1.10})$$



La ley de Beer-Lambert establece la relación lineal entre absorbancia y concentración del analito:

$$A = \epsilon lc \quad (\text{Ec. 1.11})$$

Donde  $\epsilon$  es el coeficiente de absorción molar,  $l$  es la longitud del camino óptico y  $c$  la concentración. Esta proporcionalidad permite cuantificar con precisión de un compuesto presente en solución, siempre que las condiciones instrumentales sean constantes y la muestra cumpla los criterios de linealidad.

Los espectrofotómetros modernos permiten registrar el espectro completo de absorción, representando gráficamente la absorbancia en función de la longitud de onda. Esta información es fundamental para identificar la  $\lambda_{\text{máx}}$  característica de cada compuesto y seleccionar la longitud de onda óptima para su cuantificación, como en el caso de la ampicilina durante los estudios de adsorción.

### 1.15 Método del área bajo (ABCA) en Espectrofotometría UV-Vis.

El método del área bajo la curva (ABCA) hoy surge como una alternativa al enfoque tradicional que se basa únicamente en la lectura de longitud de una onda máxima ( $\lambda_{\text{máx}}$ ). En lugar de depender de un solo punto del espectro, el ABCA utiliza la suma de las absorbancias registradas dentro de un intervalo predeterminado de longitud de onda esto permite obtener una respuesta más estable en el sistema donde el perfil espectral puede verse afectado por ruido desplazamiento de señal o picos poco definidos (Singh & Patel, 2022).

El método consiste en seleccionar un tramo del espectro que corresponda a la banda característica del analito. Sobre este conjunto de datos se realiza una integración numérica, frecuentemente mediante la regla del trapecio con el fin de obtener un valor que representa la contribución total de las absorbancias en el intervalo elegido. Diversos estudios muestran que esta área integrada mantiene una relación directa con la

concentración del compuesto acorde con los fundamentos de la ley Lambert-Beer (Karpova *et al.*, 2018). Matemáticamente el área se expresa como:

$$AUC = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} A(\lambda) d\lambda \quad (\text{Ec. 1.12})$$

Donde :

- $A(\lambda)$  es la absorbancia medida en cada longitud de onda.
- $\lambda_1$  y  $\lambda_2$  define el intervalo espectral de integración

A partir de los datos generados por el espectrofotómetro se pueden procesar mediante el software del propio equipo mediante Excel u origin. Los valores del área obtenidos para las soluciones estándar se relacionan con sus concentraciones conocidas lo que permite construir la curva de calibración ABCA- concentración. Esta estrategia suele ser menos sensible a variaciones instrumentales problemas de línea base o degradación parcial del analito factores que afectan con frecuencia a los métodos basados exclusivamente en  $\lambda_{\text{máx}}$  (Singh & Patel, 2022).

El uso del ABCA hoy es útil cuando el compuesto presenta espectros inestables o cambios notorios ante variaciones de pH, temperatura o condiciones ambientales este comportamiento es común en antibióticos  $\beta$ - lactámicos donde la forma del espectro puede alterarse fácilmente en tales escenarios la integración espectral proporciona señales más consistentes (Sangeetha *et al.*, 2017).

## 2 METODOLOGÍA

Para realizar el estudio de remoción de contaminantes emergentes, se desarrollaron las actividades que se muestran en el diagrama general de la metodología Figura 3.1 y Figura 3.2

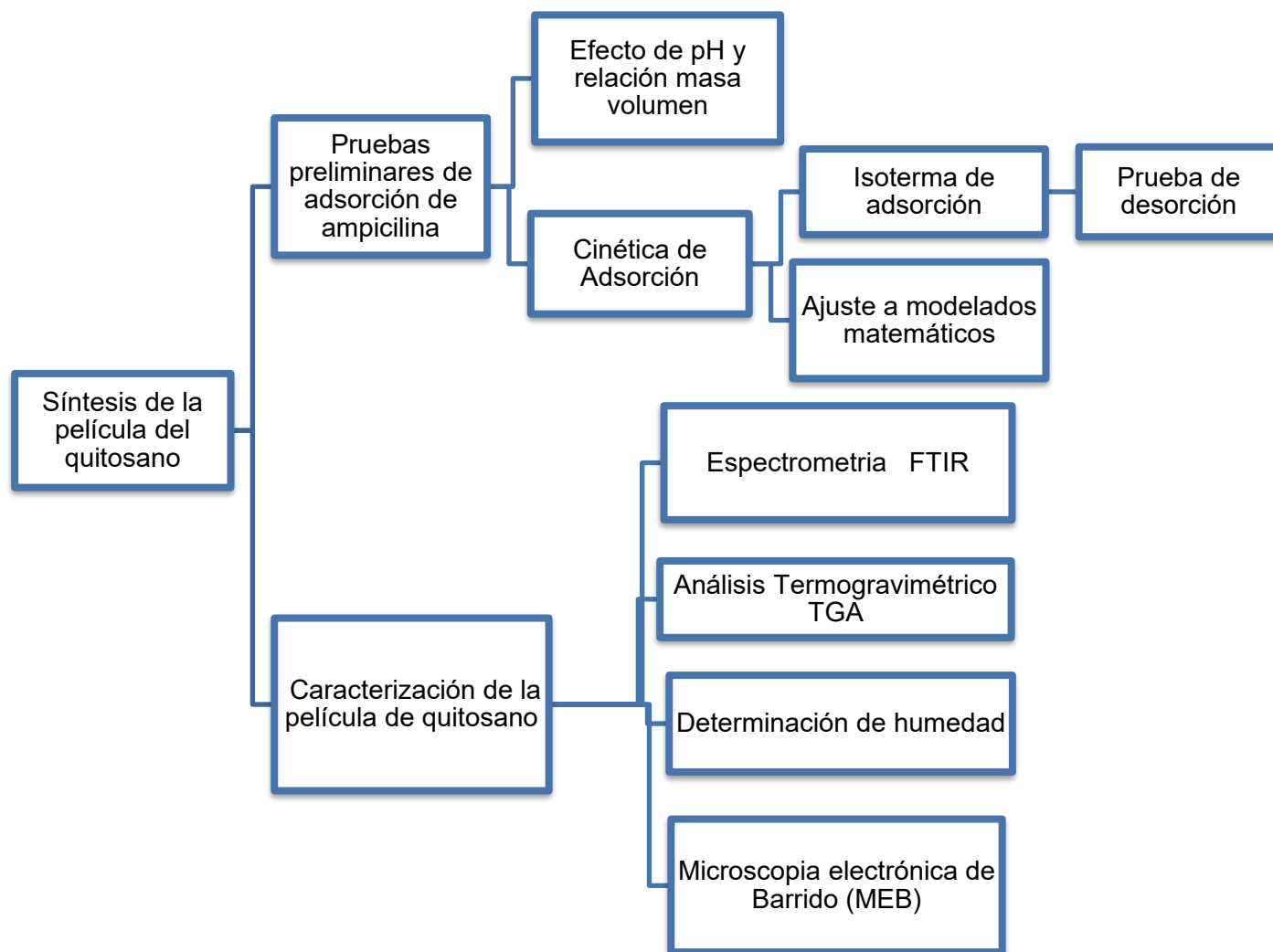


Figura 2.1 Diagrama general de la metodología para el desarrollo experimental

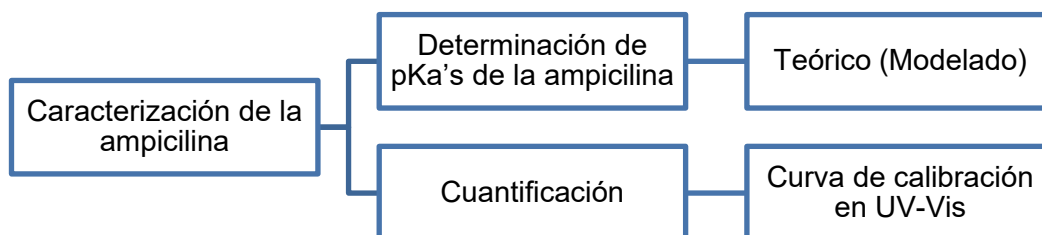


Figura 2.2 Diagrama de la metodología para la caracterización de ampicilina

## 2.1 Síntesis de película de quitosano

Para la síntesis de la película de quitosano se tomó como base el método establecido por (Ayala *et al.*, 2025) con ciertas modificaciones, para lo cual se pesó 3.8 g de quitosano, posteriormente se diluyó en 100 mL ácido acético 0.4 M, esta solución se mantuvo en agitación y una temperatura de 70°C constantes durante un tiempo de 4 h. Posterior a esto se agregó el entrecruzante etilenglicol diglicidil éter (EGDE) de Tokyo Chemical Industry Co. LTD (grado técnico al 50%) en una relación de 130  $\mu$ L por cada 20 mL de la solución previamente preparada, manteniendo la agitación constante durante 30 min, para posteriormente dejar reposar y colocarse en cajas petri de diámetro de 8.8 cm, el proceso de secado se llevó a cabo por el método de evaporación de solvente en una estufa BINDER número de serie 07-24247, 1.20 kW, 60 Hz, 10.5 A, 115 V a una temperatura de 45 °C durante 24 h. Una vez obtenidas las películas se extrajeron de los moldes para llevarlas a un proceso de lavado utilizando agua desionizada hasta obtener un pH neutro. Posteriormente se realizó el corte de la película con un tamaño de 5 mm  $\times$  5 mm, al término de los cortes fueron almacenadas en un recipiente con agua desionizada herméticamente cerrado y mantenidas en refrigeración para su conservación hasta su uso.

## 2.2 Estudios de adsorción

En esta sección se describe la metodología de las pruebas realizadas respecto al estudio de la adsorción en el sistema películas de quitosano (Q/EDGE) / AMP.

### 2.2.1 Pruebas preliminares de adsorción

Las pruebas preliminares de adsorción establecen las condiciones experimentales para evaluar la adsorción de ampicilina mediante películas de quitosano. Permitido definir los parámetros , como el intervalo de concentración de las soluciones utilizadas, el pH de trabajo, la masa de adsorbente, el tiempo de contacto necesario para alcanzar el equilibrio Proporcionando bases confiables para analizar el comportamiento adsorption del quitosano ampicilina.

#### 2.2.1.1 Efectos del pH de solución.

##### a) Sobre la capacidad de adsorción

Se determinó el pH óptimo para realizar la adsorción de la ampicilina para ello se colocó en contacto una solución de concentración conocida de ampicilina ajustada a los diferentes valores de pH en un intervalo de 2 a 13 usando HCl y NaOH respectivamente, colocando una masa de película de  $0.0250 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  en contacto con la solución por al menos 24 horas a  $30^\circ\text{C}$ , al término de este tiempo se cuantificó la concentración de ampicilina en el sobrenadante.

##### b) Efecto del pH en el hinchamiento

Se analizó el efecto del pH en el hinchamiento y la geometría de las películas de quitosano colocando los materiales en soluciones con valores de pH de 2 a 12 durante 24 horas , bajo

---

condiciones similares a las empleadas en los experimentos de la película se midió antes y después del contacto utilizando un vernier mientras que la masa se determinó empleando una balanza analítica, registrando el peso inicial y el peso húmedo posterior al contacto (con la humedad superficial removida).

### **2.2.1.2 Curva de cuantificación de ampicilina**

Para identificar mediante espectrofotometría UV-Vis, la longitud de onda en donde se encuentra el pico característico de la ampicilina se utilizó el equipo UV-Vis modelo GENESYS 10S, se realizaron diluciones de ampicilina con agua destilada en concentraciones de 5 mg\*L<sup>-1</sup>, 10 mg\*L<sup>-1</sup>, 100 mg\*L<sup>-1</sup>, 400 mg\*L<sup>-1</sup>mg y 2.5 g\*L<sup>-1</sup> y se realizaron barridos en las longitudes de 200 a 1100 nm. La cuantificación de la ampicilina se llevó a cabo elaborando soluciones con concentraciones de 0.05 mg\*mL<sup>-1</sup> a 20 mg\*mL<sup>-1</sup>, de cada muestra se realizó lecturas de absorbancia en el espectrofotómetro por triplicado, posteriormente de cada muestra se calculó el área bajo la curva de las absorbancias obtenidas en el rango de 190 nm a 500 nm, para graficar el área bajo la curva como función de la concentración.

### **2.2.2 Cinética de Adsorción**

Se colocó una masa de 0.0082g de película de quitosano una concentración de 125 mg\*mL<sup>-1</sup> de ampicilina ajustada a un valor de pH 2 y pH 10 a 30 °C, en contacto con película de quitosano, se monitoreó el comportamiento de la concentración de ampicilina a intervalos de tiempo de entre 2, 5, 8, 24, 48 y 72 horas, esto con el fin de determinar el tiempo de equilibrio. Los datos generados se ajustaron a modelos matemáticos de cinéticas de adsorción y de transferencia de masa con el fin de obtener su mejor ajuste a través de un ajuste no lineal usando el software OriginPro 2016.

### **2.2.3 Isoterma de Adsorción**

Se evaluó el equilibrio de adsorción de ampicilina sobre la película de quitosano. Para ello, se prepararon soluciones de adsorbato a 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, y se realizaron pruebas a diferentes temperaturas. La película de quitosano se colocó en contacto con estas soluciones se sometieron a agitación y temperatura, tal como pruebas anteriores. Las mezclas se agitaron durante un periodo de 24 horas. A la finalización del tiempo de contacto, se midió la concentración residual del sobrenadante.

Estos datos se ajustaron a modelos matemáticos de equilibrio, como Langmuir, Freundlich y Sips, para interpretar la capacidad de adsorción a través de un ajuste no lineal usando el software OriginPro 2016.

## **2.3 Caracterizaciones**

Para la caracterización de las películas de quitosano se diseñó una metodología experimental estructurada en varias etapas. Inicialmente, se prepararon películas de quitosano siguiendo procedimientos de caracterización haciendo uso de equipos como lo es el FTIR, TGA, MEB

### **2.3.1 Determinación de humedad**

Se aplicó un método gravimétrico para determinar el contenido de humedad en las películas de quitosano. Este método midió la pérdida de agua del material mediante la diferencia de pesos antes y después de un proceso de secado. Las películas se pesaron inicialmente como películas húmedas; posteriormente, se colocaron en un desecador al vacío bajo condiciones controladas para promover un secado eficiente, posterior a esto las películas se pesaron diariamente hasta alcanzar un peso constante, el cual se registró como el peso final del material seco. Utilizando la ecuación de contenido de humedad (Ec. 1.9) de la

sección 1 correspondiente a Fundamentos, se calculó la cantidad de agua retenida en la película.

### 2.3.2 Determinación de punto de carga cero

Para determinar el punto de carga cero (PZC) en películas de quitosano, se siguió el método de adición de sales, adaptado de (Bakatula *et al.*, 2018; García-González *et al.*, 2021).

La preparación de muestras se realizó pesando 0.025 gramos de cada película de quitosano, por otro lado, se prepararon soluciones de NaCl a 0.1 M ajustadas a un pH entre 1 y 13 ( $\pm 0.05$ ) utilizando un potenciómetro. La película se puso en contacto con 20 mL de cada solución se registró el pH inicial de cada solución.

La agitación de las muestras se realizó en viales en un agitador de orbital a 30 °C y 200 rpm durante 24 horas. La medición del pH final se efectuó después de la agitación; se separó el sobrenadante de cada muestra, se midió y registró el pH del sobrenadante como pH final.

Una vez obtenidos los datos, se calculó el punto de carga cero, graficando  $\Delta\text{pH}$  ( $\Delta\text{pH} = \text{pH final} - \text{pH inicial}$ ) contra el pH inicial. El punto donde  $\Delta\text{pH}$  es cero representa el PZC.

### 2.3.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM) de la superficie de Q-EDGE – ampicilina

El análisis morfológico de las películas de quitosano se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizando un equipo JEOL JSM-6610LV. Para mejorar la conductividad de las muestras y evitar la acumulación de carga, las películas fueron recubiertas previamente con una fina capa de oro mediante sputtering. Las condiciones de operación incluyeron un voltaje de aceleración de 20 kV, una corriente de emisión aproximada de 60  $\mu\text{A}$  y un vacío en la cámara de  $10^{-4}$  Pa, obteniéndose micrografías con

magnificaciones en el rango de 500× a 5000×, lo que permitió evaluar la homogeneidad, la presencia de poros, grietas o irregularidades en la superficie.

#### 2.3.4 Espectroscopia Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

La identificación de los grupos funcionales de los materiales involucrados en la síntesis de la película de quitosano y de la ampicilina se llevó a cabo mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), empleando un espectrofotómetro Jasco FT/IR-4X equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR), mostrado en la Figura 3.3. Las condiciones de análisis incluyeron una resolución espectral de  $8\text{ cm}^{-1}$ , 32 barridos por segundo y un intervalo de absorción de  $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ . Los espectros obtenidos permitieron identificar los grupos funcionales característicos del quitosano, tales como  $\text{--OH}$ ,  $\text{--NH}_2$  y enlaces glucosídicos, así como los correspondientes a la ampicilina, verificando posibles interacciones químicas entre ambos materiales.



Figura 2.3 Espectrofotómetro marca Jasco FT/IR-4X

#### 2.3.5 Análisis Termogravimétrico.

El análisis termogravimétrico (TGA) se llevó a cabo en dos tipos de muestras: la primera correspondió a una película de quitosano sintetizada y entrecruzada con EGDE, mientras que la segunda consistió en ampicilina en polvo. Dicho análisis se realizó utilizando un

equipo TA DSC 250 Instruments, Instrument Nbr 956501.901, mostrado en la Figura 3.4. Las condiciones de operación incluyeron una rampa de calentamiento de 10 °C/min, en un intervalo de temperatura comprendido entre 30 °C y 400 °C. Este procedimiento permitió evaluar la estabilidad térmica de las muestras, así como determinar las etapas de pérdida de masa asociadas a la descomposición de los componentes presentes en la película de quitosano y en la ampicilina, proporcionando información relevante sobre su comportamiento térmico y posibles aplicaciones en condiciones de procesamiento o almacenamiento.



Figura 2.4 Equipo TA Dsc 250 Instrument Nbr 956501.901

### **2.3.6 Determinación del pKa de la ampicilina**

La obtención de los valores teóricos de pKa de la ampicilina se realizó mediante la construcción de la molécula en el software Marvin Sketch, tal como se muestra en la Figura 1.1 del apartado de fundamentos. Este programa permitió identificar los posibles sitios de ionización de la molécula y calcular los valores de pKa asociados a cada grupo funcional.

### 3 DISCUSIONES Y RESULTADOS

#### 3.1 Síntesis de película de quitosano

Se obtuvieron películas de quitosano como la que se puede observar en la Figura 4.1. Se observa que las películas son rígidas, de color ámbar, opacas, delgadas, de superficies lisas, ligeramente quebradizas después del secado. Las películas húmedas tienen una textura flexible, con resistencia al corte, de ámbar claro, el espesor aumenta con la hidratación y las soluciones acidas, tal como indica Garcia-Gonzalez *et al.*, 2025.

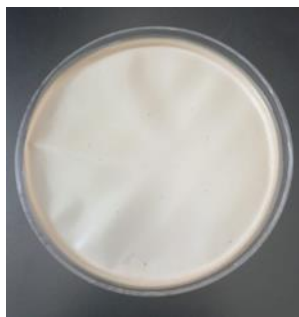


Figura 3.1 Películas de quitosano seca

#### 3.2 Estudios de adsorción

Las películas de quitosano obtenidas y mostradas en la Figura 4.1 constituyen el material base para los estudios posteriores de interacción y adsorción. Una vez caracterizadas en su estado seco, se procedió a evaluar su capacidad de adsorción frente a diferentes condiciones experimentales, con el objetivo de determinar parámetros iniciales de desempeño y establecer la viabilidad del sistema. En este contexto, se diseñaron pruebas preliminares que permitieron identificar tendencias



generales en el comportamiento de las películas, así como definir las condiciones más adecuadas para los ensayos posteriores de cuantificación y análisis detallado.

### **3.2.1 Pruebas preliminares de adsorción**

En esta sección se muestran los resultados de las pruebas preliminares realizadas para comprender el comportamiento inicial del sistema quitosano ampicilina estos resultados permitieron identificar las condiciones básicas de análisis como el rango de concentración útil y la respuesta espectral necesaria para continuar con los estudios de absorción.

#### **3.2.1.1 Efectos del pH de solución**

a) Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción.

La Figura 4.2 muestra los resultados de las concentraciones de los sobrenadantes que estuvieron en contacto con la película de Q durante 24, los pH donde se observa una mayor absorción es en el pH 10 con un 6.33%, pH 7 el 4.64%. Efectos de la temperatura en la degradación de la ampicilina y debido al pH de la solución, de esta se deriva que las pruebas se realizan a 30 grados solamente y su cinética debe ser máximo a 40 horas.

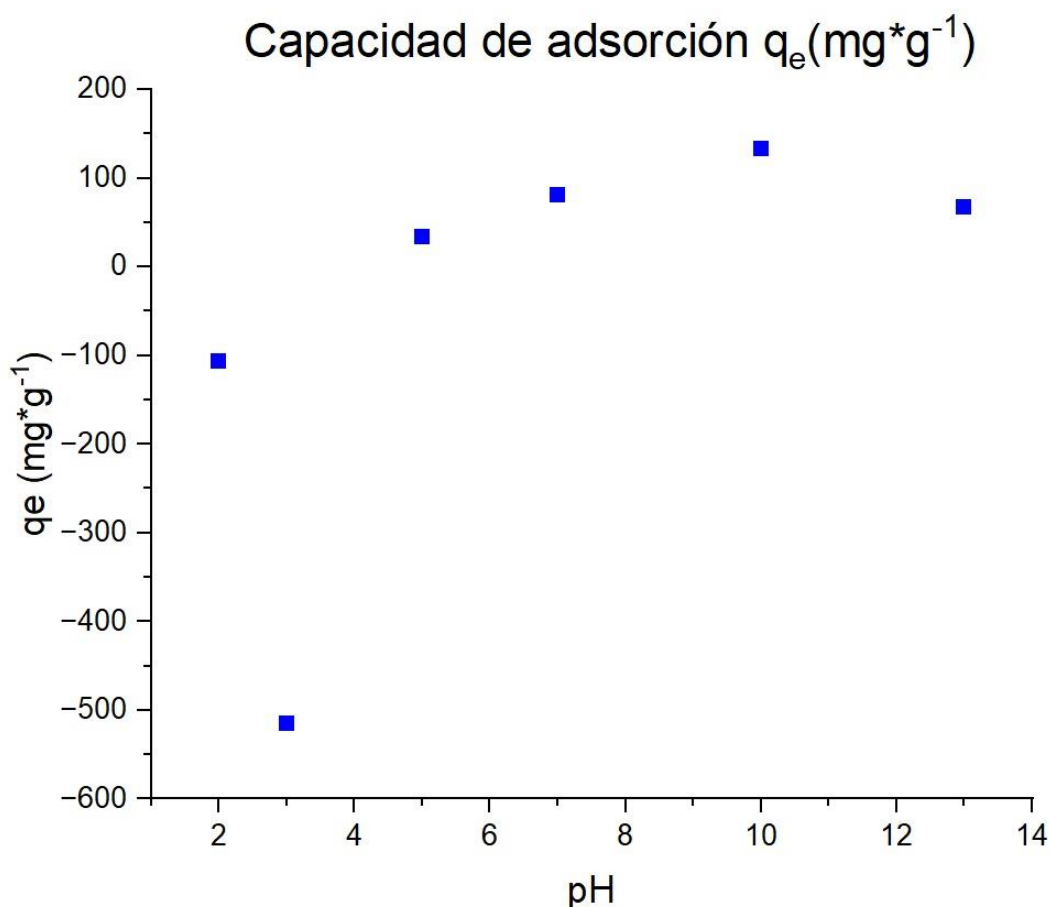


Figura 3.2 Variaciones en el porcentaje de remoción y en el área bajo la curva UV-Vis de la ampicilina en función del pH

b ) Interferencias del blanco.

Las variaciones detectadas en el sobrenadante no se deben exclusivamente al proceso de adsorción sobre la película de quitosano. La ampicilina, al ser un antibiótico  $\beta$ -lactámico susceptible a la hidrólisis, presenta una disminución significativa en su estabilidad conforme aumentan el pH y la temperatura. Por esta razón, las pruebas se realizaron a 30 °C con el fin de minimizar la degradación, y se recomienda que cualquier seguimiento cinético no exceda las 40 horas, ya que después de este periodo la degradación del antibiótico genera productos que absorben de manera distinta en la región UV-Vis, afectando directamente el blanco.



En consecuencia, las diferencias observadas entre las soluciones iniciales y los sobrenadantes deben interpretarse considerando estas interferencias derivadas de la degradación propia de la ampicilina, y no únicamente como resultado de la remoción por la película de quitosano.

A pH 2, 7, 10 y 12 se presentan variaciones en el área bajo la curva entre la solución inicial y el sobrenadante. Estas diferencias reflejan tanto el porcentaje de remoción atribuido a la película de quitosano como las interferencias derivadas de la degradación de la ampicilina, las cuales deben considerarse al interpretar los resultados.

### c) Efecto del pH en el hinchamiento

Tras concluir el periodo de 24 horas de contacto, las películas de quitosano permanecieron en agitación a 200 rpm y 30 °C con soluciones de pH entre 2 y 12. Se evaluó el efecto del pH en el grosor de las películas, asegurando previamente que la humedad fuera mínima antes de realizar las mediciones. El grosor de cada película se determinó con un micrómetro digital (marca URREA) y todas las mediciones se efectuaron por triplicado; los resultados se presentan en la Tabla 4.1.

Tabla 3.1 Efecto del hinchamiento de las películas de Q a diferentes pH

| <b>pH</b> | <b>Grosor inicial promedio</b> | <b>Grosor final promedio</b> | <b>% Hinchamiento</b> |
|-----------|--------------------------------|------------------------------|-----------------------|
| 2         | 0.1860                         | 0.2117                       | 13.80%                |
| 3         | 0.1873                         | 0.2775                       | 48.13%                |
| 4         | 0.1720                         | 0.1647                       | -4.26%                |
| 5         | 0.2153                         | 0.2060                       | -4.33%                |
| 6         | 0.1730                         | 0.1760                       | 1.73%                 |
| 7         | 0.1677                         | 0.1593                       | -4.97%                |
| 8         | 0.1970                         | 0.1947                       | -1.18%                |



| pH | Grosor inicial promedio | Grosor final promedio | % Hinchamiento |
|----|-------------------------|-----------------------|----------------|
| 9  | 0.1830                  | 0.1460                | -20.22%        |
| 10 | 0.1580                  | 0.1497                | -5.27%         |
| 11 | 0.1713                  | 0.1653                | -3.50%         |
| 12 | 0.1633                  | 0.1743                | 6.73%          |

En promedio, las películas modificaron su grosor en aproximadamente 0.01 mm. El mayor hinchamiento se observó en condiciones fuertemente ácidas (pH 2 y 3), donde la protonación del quitosano es máxima. Entre pH 4 y 8 la película mostró estabilidad con un hinchamiento prácticamente nulo, mientras que en pH 9 se registró el valor máximo de contracción. Estos resultados confirman la sensibilidad del quitosano al ambiente ácido-base, aspecto clave para comprender su comportamiento en aplicaciones de absorción, liberación controlada y contacto con contaminantes (Garcia-Gonzalez et al., 2025).

### 3.2.1.2 Curva de calibración de ampicilina por espectroscopia UV-Vis.

Se identificó la banda característica de la ampicilina alrededor de los 202 nm (Figura 4.3). Con el paso del tiempo, dicha banda mostró un desplazamiento hacia la derecha, evidenciando cambios asociados a la estabilidad de la molécula.

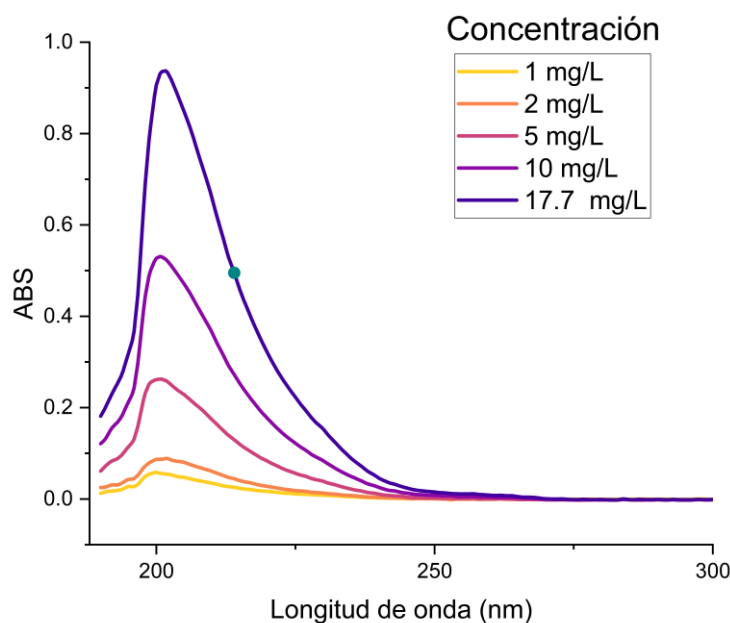


Figura 3.3 Banda característica de la ampicilina 202 nm

Para la obtención de la curva de calibración, se prepararon soluciones estándar de ampicilina en un intervalo de 1 a 20 ppm. Estas soluciones se mantuvieron a temperaturas inferiores a 45 °C, protegidas de la luz y fueron analizadas dentro de las primeras 48 horas posteriores a su preparación, con el fin de minimizar procesos de degradación. Cada solución se midió por triplicado mediante espectrofotometría UV-Vis en el rango de 190 a 500 nm (Figura 4.4). A cada espectro se le calculó el área bajo la curva (ABCA), considerando únicamente la región útil de absorción de la molécula.

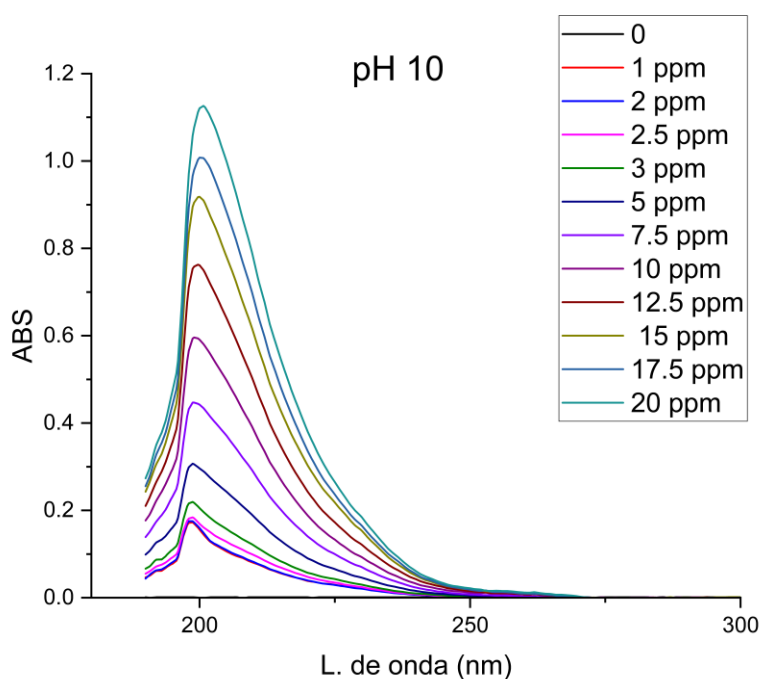


Figura 3.4 Absorbancias de concentraciones 1-20 ppm pH 10

Los valores promedio del área bajo la curva mostraron un incremento progresivo con la concentración, confirmando el comportamiento proporcional esperado. Estos valores se graficaron contra la concentración estándar, obteniéndose una curva de calibración ajustada a un modelo lineal con un coeficiente de determinación  $R^2 = 0.99$  (Figura 4.5). Dado que la absorbancia máxima de la ampicilina puede variar en diferentes condiciones de pH y dilución, se sustituyó el método convencional de absorbancia vs. concentración por el método de área bajo la curva de absorbancia (ABCA) vs. concentración, lo que permitió establecer una ecuación de calibración confiable para el cálculo de las concentraciones en las muestras experimentales.

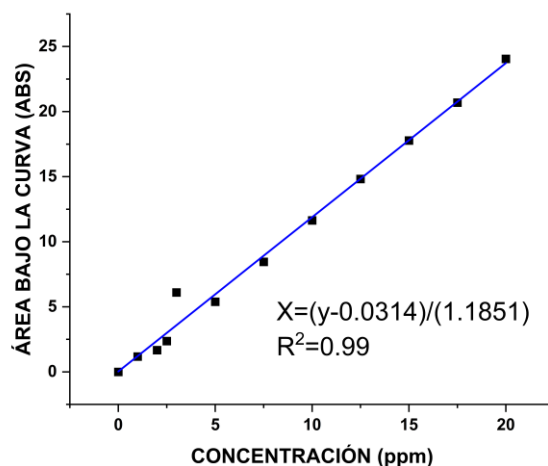


Figura 3.5 Curva de calibración para ampicilina mediante el método ABCA

Durante el procedimiento se verificó el cumplimiento de la ley de Lambert-Beer, manteniendo todas las absorbancias por debajo de 1.5 unidades (Figura 4.6). En los casos donde la absorbancia superaba la región lineal, se aplicaron factores de dilución para asegurar la confiabilidad del ajuste y de la ecuación de calibración. Los resultados obtenidos demuestran que el análisis basado en el área bajo la curva constituye un método robusto para la cuantificación de la ampicilina, ya que permite una correlación directa entre la señal espectral integrada y la concentración del analito.

### 3.2.2 Cinética de Adsorción

Se llevó a cabo la cinética de adsorción de la ampicilina con el objetivo de determinar la velocidad y el tiempo en que se alcanza el equilibrio entre adsorbato y adsorbente. Para ello, las películas de quitosano se trataron durante 40 minutos en soluciones con pH 5.



Posteriormente, se evaluó el efecto del pH en condiciones de 2, 7 y 10 a 30 °C, empleando intervalos de tiempo de 2, 5, 8, 24, 48 y 72 horas. Los valores de  $q_e$  obtenidos se presentan en la Tabla 4.2, donde se observa la variación de la capacidad de remoción en función del tiempo y del pH.

Tabla 3.2 Valores de  $q_e$  obtenidas a Ph 2, pH 7 y pH 10

| Tiempo |         | pH2          | pH7   | pH10  |
|--------|---------|--------------|-------|-------|
| Horas  | Minutos | $q_e$ (mg/g) |       |       |
| 2.00   | 120.00  | 67.71        | 51.94 | 59.70 |
| 4.00   | 240.00  | 59.67        | 49.94 | 61.17 |
| 8.00   | 480.00  | 64.11        | 52.99 | 66.55 |
| 16.00  | 480.00  | 59.48        | 54.89 | 63.13 |
| 24.00  | 1440.00 | 61.50        | 56.29 | 63.17 |
| 36.00  | 2160.00 | 65.86        | 63.26 | 54.33 |
| 48.00  | 2880.00 | 66.07        | 56.64 | 67.41 |
| 66.00  | 3960.00 | 69.28        | 57.27 | 72.95 |
| 72.00  | 4320.00 | 69.37        | 54.06 | 64.03 |

Los datos experimentales se ajustaron a los modelos cinéticos de pseudo primer orden (Lagergren) y pseudo segundo orden (Ho y McKay). El ajuste de los valores de  $q_e$  al modelo de pseudo primer orden se muestra en la Figura 4.6, mientras que la comparación entre ambos modelos se presenta en la Figura 4.7.

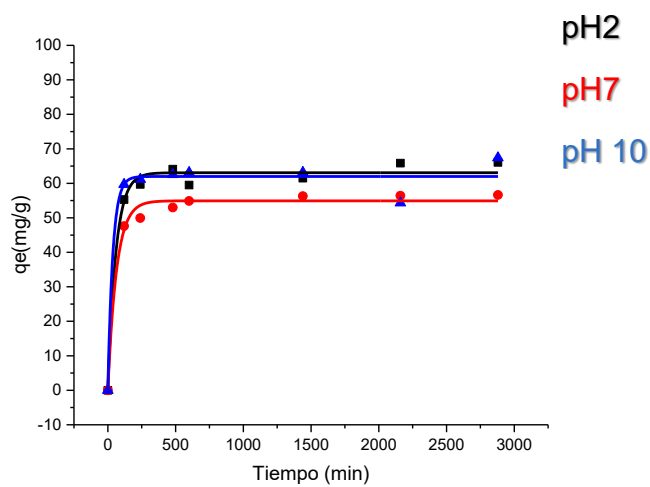


Figura 3.6 Valores de  $q_e$  ajustados a modelo cinéticos de pseudo primer orden Lagergren

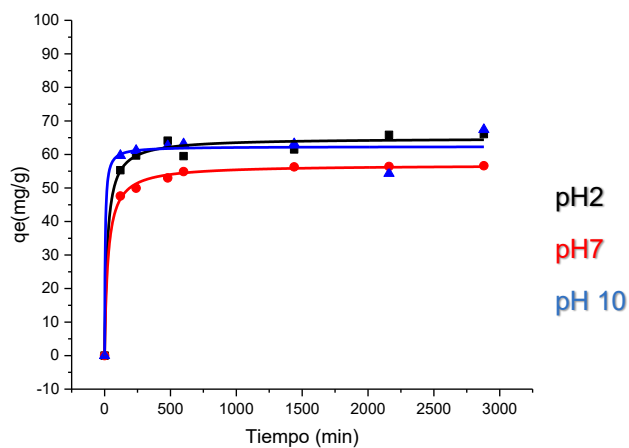


Figura 3.7 Valores de  $q_e$  ajustado a modelo cinéticos de pseudo primer orden Lagergren y Pseudo segundo orden (Ho y McKay)

Tabla 3.3 Constantes del modelo cinético y ajuste de datos modelo cinéticos de pseudo primer y pseudo segundo orden

| pH / Modelo | Parámetros                                                                                                  | $q_e$ (mg/g)   | $R^2$ |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|-------|
| 2.00 — PFO  | $k_1 = 0.016 \pm 0.002$ (1/min)                                                                             | $63.1 \pm 1.1$ | 0.99  |
| 2.00 — PSO  | $k_2 = 7.3 \times 10^{-4} \pm 2.1 \times 10^{-4}$ ( $\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$ ) | $64.9 \pm 1.1$ | 0.99  |
| 7.00 — PFO  | $k_1 = 0.0156 \pm 0.0022$ (1/min)                                                                           | $54.9 \pm 0.9$ | 0.99  |
| 7.00 — PSO  | $k_2 = 6.7 \times 10^{-4} \pm 7.8 \times 10^{-5}$ ( $\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$ ) | $56.9 \pm 0.5$ | 1.00  |
| 10.00 — PFO | $k_1 = 0.027 \pm 0.015$ (1/min)                                                                             | $62.0 \pm 1.6$ | 0.97  |
| 10.00 — PSO | $k_2 = 0.003 \pm 0.007$ ( $\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$ )                           | $62.4 \pm 2.1$ | 0.97  |

De acuerdo con los coeficientes de correlación ( $R^2$ ) obtenidos (Tabla 4.3), se concluye que para pH 2 y pH 7 los datos se ajustan mejor al modelo de pseudo segundo orden, lo que sugiere que la adsorción está controlada principalmente por interacciones químicas. En contraste, para pH 10 el ajuste corresponde al modelo de pseudo primer orden, indicando que el proceso de adsorción podría estar gobernado por difusión o por interacciones físicas más débiles, como fuerzas de Van der Waals o de dispersión (Tran & Duy, 2023).

En conjunto, los resultados cinéticos muestran que el pH influye de manera decisiva en la adsorción de la ampicilina sobre las películas de quitosano. Entre los valores evaluados, el pH 10 produjo la mayor captación del antibiótico, por lo que se determinó como la condición más adecuada para continuar con los estudios posteriores.

### 3.2.3 Isotermas de Adsorción

Se evaluaron las isotermas de adsorción de ampicilina sobre películas de Ch/EDGE a 30 °C y pH 10, con el fin de describir la capacidad de carga del adsorbente a

diferentes concentraciones de equilibrio. Los resultados experimentales de  $q_e$  y los modelos ajustados se presentan en la Figura 4.8.

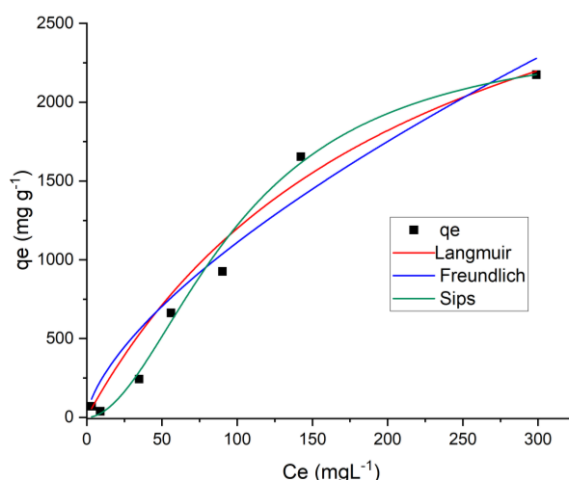


Figura 3.8 Datos experimentales de isoterma de adsorción para ampicilina películas de quitosano a 30 °C y pH 10

Los datos se ajustaron a los modelos de Langmuir, Freundlich y Sips. El modelo de Sips mostró el mejor desempeño con un coeficiente de determinación  $R^2 = 0.99991$ , lo que indica un ajuste altamente confiable a los datos experimentales. Los parámetros obtenidos fueron  $q_{max} = 1816.19 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ,  $K_s = 0.0133 \text{ L} \cdot \text{mg}^{-1}$  y  $n = 2.74$ . Este modelo combina las características de Langmuir y Freundlich, representando adecuadamente superficies heterogéneas que tienden a un comportamiento de monocapa a altas concentraciones (Foo & Hameed, 2010; Bouaziz et al., 2023). En contraste, aunque el modelo de Langmuir presentó un ajuste numérico elevado ( $R^2 = 0.9996$ ), el valor de  $\chi^2$  reducido fue de 324.38, considerado alto y reflejando discrepancias. Los parámetros obtenidos fueron  $q_{max} = 2148.06 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  y  $K_L = 0.0105 \text{ L} \cdot \text{mg}^{-1}$ , lo que sugiere que la superficie del adsorbente no es completamente homogénea ni presenta sitios equivalentes de adsorción, como supone este modelo (Kalam et al., 2021; Foo & Hameed, 2010).



Por su parte, el modelo de Freundlich mostró mayor desviación estadística, con un  $\chi^2$  reducido de 611.62 y un  $R^2 = 0.99926$ . Aunque este modelo describe superficies heterogéneas (Foo & Hameed, 2010; de Andrade et al., 2018), no representa adecuadamente el comportamiento experimental del sistema. Sus parámetros fueron  $K_f = 175.73(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})(\text{L} \cdot \text{mg}^{-1})^{1/n}$  y  $n = 2.71$ .

Los parámetros de ajuste y coeficientes de correlación de los tres modelos se presentan en la Tabla 4.4.

*Tabla 3.3 Modelos cinéticos de adsorción Ampicilina mediante películas de Q-EDGE*

| Modelo     | Parámetros                                                                                                                   | $q_e$<br>(mg/g) | $R^2$ | $\chi^2$ |
|------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|-------|----------|
| Langmuir   | $q_{\text{max}} = 2148.06 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ;<br>$k_L = 0.0105 \text{ L} \cdot \text{mg}^{-1}$                 | —               | 0.99  | 324      |
| Freundlich | $K_f = 175.73 (\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})(\text{L} \cdot \text{mg}^{-1})^{1/n}$ ;<br>$n = 2.71$                          | —               | 0.99  | 612      |
| Sips       | $q_{\text{max}} = 1816.19 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ;<br>$K_s = 0.0133 \text{ L} \cdot \text{mg}^{-1}$ ;<br>$n = 2.74$ | —               | 0.99  | 94.8     |

En conjunto, tanto los valores de  $R^2$  como los de  $\chi^2$  reducido confirman que el modelo de Sips es el más adecuado para describir la isoterma de adsorción de ampicilina sobre películas de Q/EDGE, mostrando una representación más realista de la heterogeneidad de las superficies adsorbentes y del comportamiento del sistema.



### 3.3 Caracterizaciones de las películas de Quitosano

En el marco de esta investigación, las caracterizaciones realizadas constituyen un paso fundamental para comprender las propiedades fisicoquímicas de las películas de quitosano y su interacción con la ampicilina. Estos análisis permiten establecer parámetros de referencia que aseguran la reproducibilidad de los resultados y aportan evidencia sobre la estabilidad del material frente a condiciones ambientales y experimentales. Entre las primeras pruebas consideradas se encuentra la determinación de humedad, dado que el contenido de agua en las películas influye directamente en su capacidad de adsorción, en la integridad estructural y en la eficiencia del proceso de remoción de ampicilina.

#### 3.3.1 Determinación de humedad

Las pruebas de determinación del porcentaje de humedad realizadas para las películas de quitosano arrojaron un valor promedio de  $69.7\% \pm 1.50$ , calculado a partir de tres réplicas experimentales. Este resultado refleja una alta capacidad de retención de agua y una baja variabilidad entre los valores obtenidos.

#### 3.3.2 Determinación de punto de carga cero

El punto de carga cero de la película de quitosano EDGE (Q-EDGE) se determinó para obtener información sobre la naturaleza de la carga en la superficie del compuesto. La superficie del material presenta carga negativa a un pH mayor que el pH<sub>pzc</sub> ( $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pzc}}$ ) y carga positiva a un pH menor que el pH<sub>pzc</sub> ( $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$ ). El valor de pH<sub>pzc</sub> del compuesto Q-EDGE se obtuvo mediante el método de adición de NaCl y se encontró en pH 7.4, como se muestra en la Figura 4.10. A medida que

el pH aumenta, los grupos aminos de la superficie de las películas Q-EDGE se desprotonan (Figura 4.11b), disminuyendo la carga positiva hasta alcanzar el estado en el que la carga neta es cero. Por el contrario, conforme disminuye el pH, los grupos aminos se protonan (Figura 4.11a). Este valor de pH<sub>pzc</sub> es relevante para su interacción con moléculas o iones de ampicilina.

Garcia *et al.* 2025 reporto un pH<sub>pzc</sub> de 6.5 para quitosano en forma de criogel.

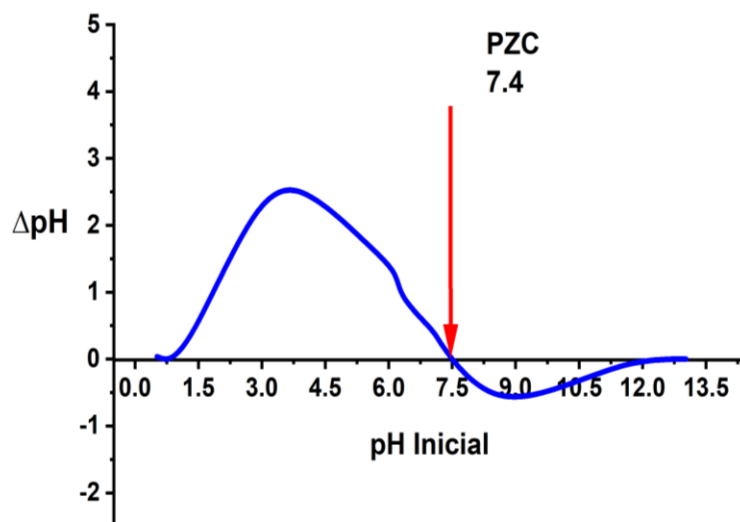


Figura 3.9 Curva de determinación del pH de punto de carga cero (pHpzc) para la película Q-EDGE

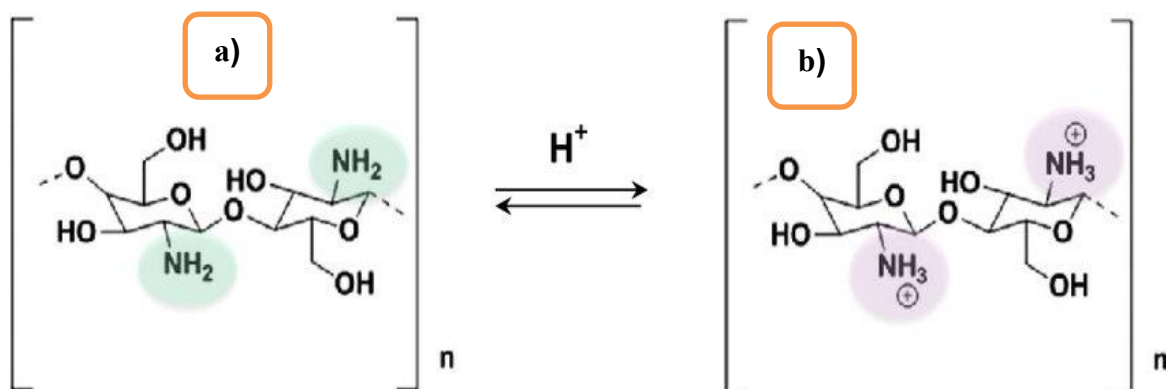


Figura 3.10 Mecanismo de a) protonación de quitosano, b) desprotonación del quitosano.

### 3.3.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM) de la superficie de la película de quitosano–ampicilina

La Figura 4.11 muestra los resultados del análisis SEM, donde se observa la morfología superficial y los dominios estructurales de las películas. Las micrografías 4.11A y 4.11C revelan que las superficies de las películas Q-EDGE presentan una morfología heterogénea, con estructuras esféricas bien definidas y dominios circulares de tamaño variable (Nguyen et al., 2024). Se aprecia un contraste claro entre regiones lisas y rugosas, con microcavidades o depresiones formadas durante el secado o el entrecruzamiento químico, lo que sugiere fluctuaciones en la densidad del polímero o en la distribución del agente entrecruzante. La introducción de agentes de entrecruzamiento conduce a una morfología más rugosa, confirmando que estos compuestos afectan la estructura de la membrana de quitosano y que el aumento de la rugosidad superficial mejora la capacidad de adsorción de micropartículas (Hastuti et al., 2024).

Las micrografías 4.11B y 4.11D muestran que, tras la exposición a antibióticos como la ampicilina, aparecen estructuras esféricas más irregulares, distribuidas en un patrón alineado, lo que sugiere acumulación o deposición localizada de ampicilina.

El brillo observado en las paredes de las cavidades coincide con observaciones previas reportadas por Gomes y Mergulhão (2017). Se evidencia un aumento en la heterogeneidad superficial, con mayor rugosidad, cavidades más pronunciadas y superficies menos homogéneas después de 24 horas de exposición al antibiótico. Estos cambios estructurales indican tanto adsorción superficial como una posible penetración del antibiótico en la matriz polimérica, facilitada por los surcos y canales observados (Fan et al., 2024), los cuales podrían originarse por procesos de hinchamiento de la matriz polimérica y difusión del antibiótico.

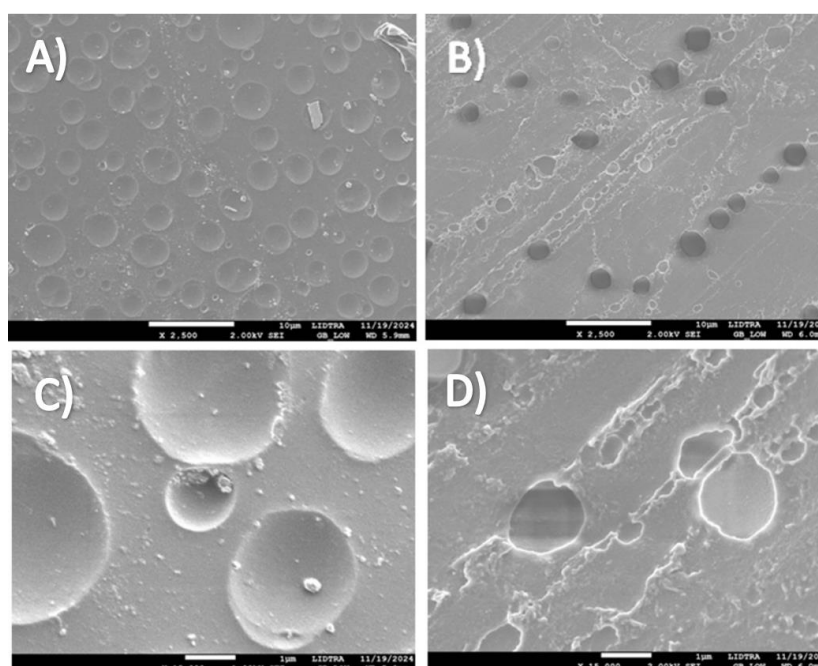


Figura 3.11 Micrografía SEM a 2500X: A) Películas Q-EDGE, B) Quitosano-Ampicilina (Q-EDGE-AMP); micrografía SEM a 15000X: C) Películas Q-EDGE, D) Quitosano-Ampicilina (Q-EDGE-AMP)

### 3.3.4 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

El análisis espectroscópico por FTIR permitió identificar los grupos funcionales presentes en las películas Q-EDGE y en las películas sometidas a adsorción de

ampicilina (Q-EDGE-AMP), lo que a su vez permitió inferir posibles interacciones químicas entre ambos componentes. En los espectros registrados (Figura 4.12) se evidencian interacciones entre la ampicilina y la película Q-EDGE después del proceso de adsorción.

Se observaron bandas en  $3726\text{ cm}^{-1}$ ,  $3715\text{ cm}^{-1}$ ,  $3720\text{ cm}^{-1}$ ,  $3731\text{ cm}^{-1}$  y  $3881\text{ cm}^{-1}$ , atribuidas al estiramiento de los grupos amino ( $-\text{NH}$ ) y a vibraciones asociadas a enlaces  $\text{O}-\text{H}$ . El aumento en la intensidad de estas bandas sugiere interacciones entre los grupos amino del quitosano y los grupos funcionales de la ampicilina. Estas vibraciones son comunes en polímeros naturales como el quitosano debido a la presencia de grupos hidroxilos  $-\text{OH}$  y aminas  $-\text{NH}_2$ , y se han reportado en torno a  $3350\text{ cm}^{-1}$  (Abd *et al.*, 2022), con desplazamientos atribuibles a la formación de enlaces de hidrógeno (Arteaga-Céh & Lozada., 2024).

Una de las bandas más representativas aparece alrededor de  $1704\text{ cm}^{-1}$ , correspondiente al estiramiento del grupo carbonilo ( $\text{C}=\text{O}$ ) del anillo  $\beta$ -lactámico de la ampicilina. Este tipo de vibración se considera un marcador estructural clave de los antibióticos  $\beta$ -lactámicos (Arteaga-Céh *et al.*, 2024). Dicho valor es cercano al reportado en  $1690\text{ cm}^{-1}$  para carbonilos en anillos lactámicos (Khatoon *et al.*, 2019), confirmando la incorporación de la ampicilina a la película Q-EDGE.

En la región de  $1057\text{ cm}^{-1}$  se observa una banda asociada al estiramiento del enlace  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ , correspondiente a grupos éter presentes tanto en la estructura del quitosano como en el entrecruzante EDGE. Este tipo de vibración se encuentra típicamente entre  $1020\text{ cm}^{-1}$  y  $1080\text{ cm}^{-1}$  y se asocia a los enlaces glicosídicos del Q-EDGE (Kumar *et al.*, 2022).

Adicionalmente, se identificaron bandas en  $1156\text{ cm}^{-1}$ ,  $1046\text{ cm}^{-1}$  y  $1057\text{ cm}^{-1}$ , relacionadas con vibraciones de deformación de los grupos  $\text{-NH}_2$  y estiramientos de enlaces  $\text{C-N}$  y  $\text{C=C}$ , característicos de compuestos aromáticos y heterocíclicos presentes en la ampicilina. Estas bandas no se detectan con la misma forma ni intensidad en la película Q-EDGE, lo cual indica una incorporación del fármaco.

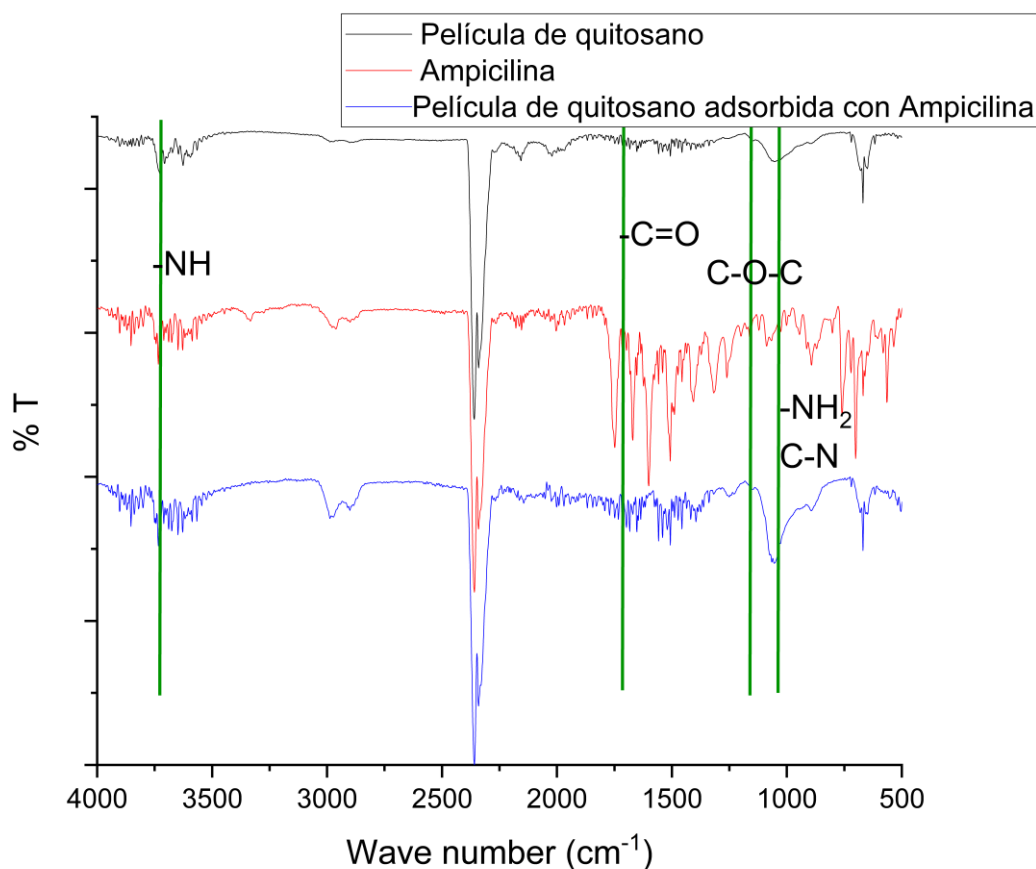


Figura 3.12 Espectros FTIR de las películas de quitosano (Q-EDGE) y quitosano-ampicilina (Q-EDGE-AMP)

### 3.3.5 Análisis termogravimétrico

El análisis termogravimétrico del quitosano permitió identificar tres eventos térmicos principales (Figura 4.13). La primera pérdida de masa, de 8.60%, ocurre entre 60 °C y 120 °C y se relaciona con la evaporación del agua absorbida. La segunda pérdida, de 31.83%, se presenta entre 250 °C y 369 °C y corresponde a la despolimerización, atribuida a la degradación de las cadenas principales del quitosano (ruptura de enlaces C–O–C) y a la separación de grupos acetilo ( $-\text{CH}_3$ ). Finalmente, una tercera pérdida de 18.27% refleja la descomposición final del material orgánico.

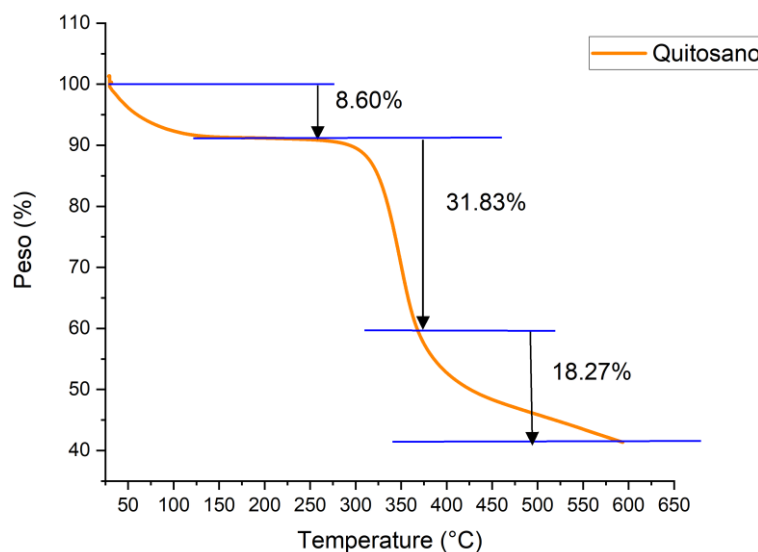


Figura 3.13 Termograma del Quitosano

El termograma de la película de quitosano entrecruzada con EDGE (Figura 4.14) muestra igualmente tres etapas de degradación. La primera, entre 32 °C y 220 °C, corresponde a la pérdida de humedad con una disminución de 6.56% en la masa. La segunda, entre 220 °C y 374 °C, presenta la mayor pérdida de masa, equivalente a 32.38%, atribuida a la degradación de las cadenas principales y separación de grupos acetilo. La tercera etapa, entre 374 °C y 590 °C, refleja una pérdida de

16.20%. El desplazamiento de las temperaturas hacia valores más altos confirma que el entrecruzamiento con EDGE incrementa la resistencia térmica del material.

El análisis termogravimétrico de la ampicilina (Figura 4.14) mostró una pérdida inicial de masa de 19.18% entre 30 °C y 270 °C, atribuida a la eliminación de agua física y química absorbida. Posteriormente, entre 270 °C y 303 °C, se descompone la cadena lateral que contiene grupos sulfóxido ( $-\text{SO}$ ) y amino ( $-\text{NH}_2$ ), liberando subproductos como dióxido de azufre ( $\text{SO}_2$ ) y amoníaco ( $\text{NH}_3$ ). Entre 303 °C y 590 °C ocurre la degradación del anillo  $\beta$ -lactámico, característica de los antibióticos de esta familia, generando posiblemente óxidos de nitrógeno ( $\text{NO}_x$ ) y monóxido de carbono ( $\text{CO}$ ). Finalmente, por encima de 500 °C, la ampicilina se descompone completamente en fragmentos elementales y compuestos simples como  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  y óxidos de azufre.

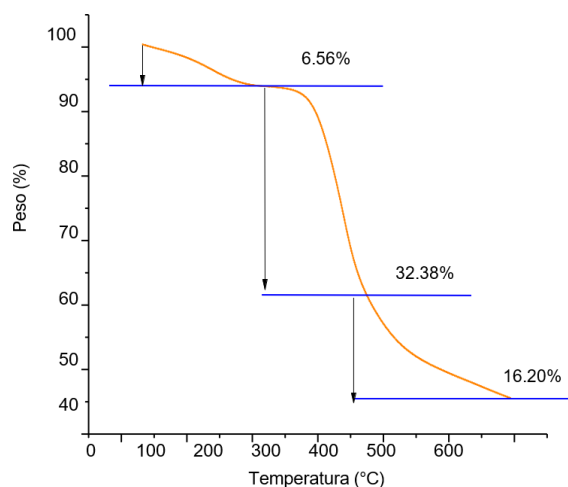


Figura 3.14 Termograma de la película de quitosano entre cruzado con EGGE.

a) Resultados de los Análisis Termogravimétrico Ampicilina.

La Figura 4.15 muestra la curva TGA de la ampicilina. La masa perdida a temperaturas entre 30 °C y 270 °C fue del 19.18%, debido a la eliminación del agua física y química absorbida (Hussein-Al-Ali *et al.*, 2014). La descomposición final ocurrió aproximadamente a 590 °C, con una pérdida de masa total del 63.73%. En la etapa inicial, se observó una descomposición donde se rompieron enlaces más débiles, posiblemente resultando en la formación de fragmentos de cadena lateral y compuestos carbonilos. A continuación, entre 270 °C y 303 °C, la cadena lateral de la ampicilina, que contiene un grupo sulfóxido (SO) y un grupo amina (NH<sub>2</sub>), experimentó descomposición, liberando subproductos como dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>) y amoníaco (NH<sub>3</sub>).

A medida que la temperatura continuó aumentando, se alcanzó la descomposición del anillo de β-lactámico, una característica estructural distintiva de los antibióticos betalactámicos. Esto ocurrió a temperaturas entre 303 °C y 590 °C, generando posiblemente óxidos de nitrógeno (NO<sub>x</sub>) y monóxido de carbono (CO) como subproductos.

Finalmente, a temperaturas muy elevadas, por encima de los 500 °C, la ampicilina se descompuso completamente en fragmentos más pequeños, incluyendo carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y azufre, así como sus combinaciones con oxígeno, como dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), agua (H<sub>2</sub>O) y óxidos de azufre.

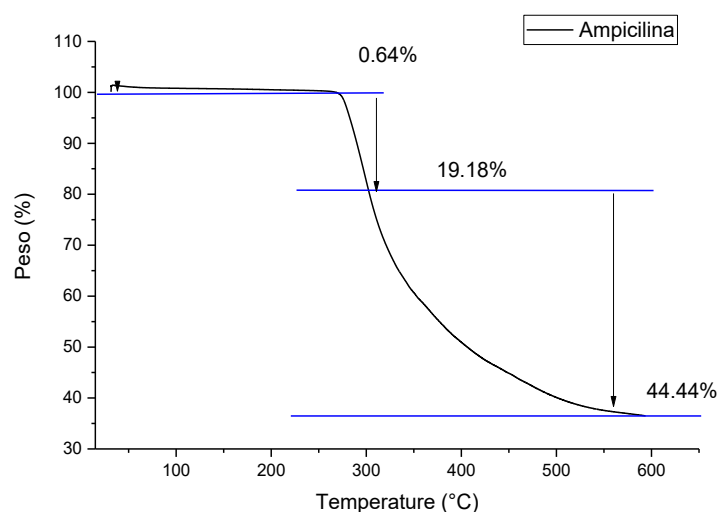


Figura 3.15 Termograma de la Ampicilina.

### 3.3.6 Resultados pKa teórico

El análisis teórico permitió identificar cinco especies iónicas de la ampicilina y cuatro valores de pKa característicos (Figura 4.16). A pH 3.24 se observa la protonación del grupo hidroxilo ( $-\text{OH}$ ), a pH 7.23 la disociación del grupo amino primario ( $-\text{NH}_2$ ), a pH 11.97 la disociación del grupo amino secundario ( $-\text{NH}$ ) y a pH 14.47 la disociación de una amina terciaria ( $-\text{N}$ ).

Las especies se distribuyen en diferentes rangos de pH: SP1 entre 3.4 y 14, SP2 entre 0 y 7.2, SP3 entre 0 y 11.4, SP4 entre 7.8 y 14 y SP5 entre 11.2 y 14. Los resultados indican que SP1, SP4 y SP5 corresponden a especies catiónicas, predominantes en pH de 9.6, 14 y 14, con concentraciones de 99.15%, 74.19% y 25.07%, respectivamente. Por su parte, SP2 y SP3 corresponden a especies aniónicas, activas a pH 0 y 5.2, con concentraciones de 99.94% y 98%, respectivamente, asociadas al grupo carboxilo (Chemaxon, 2025).

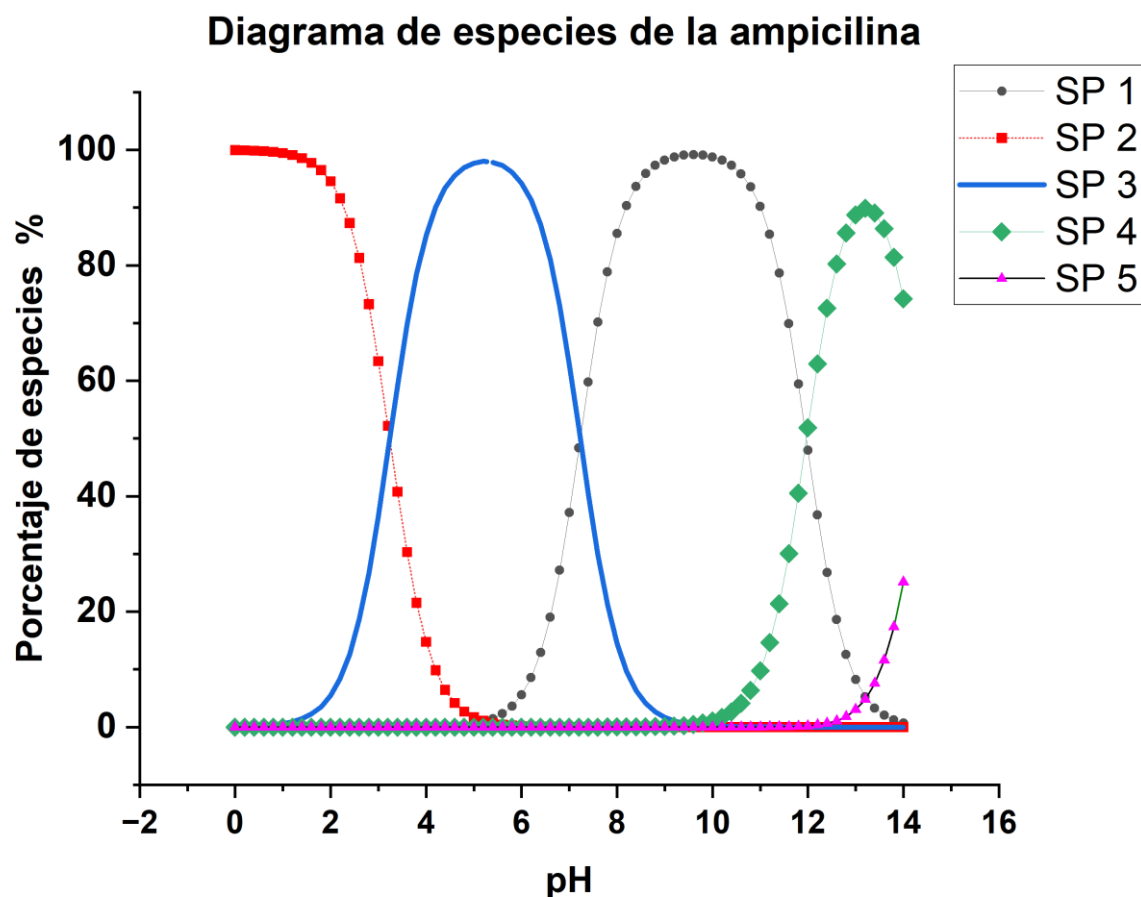
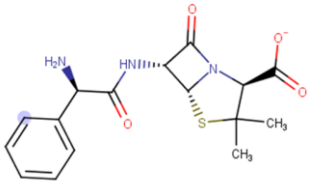
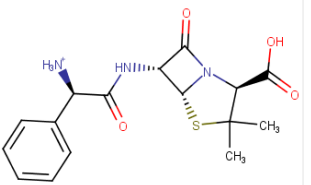
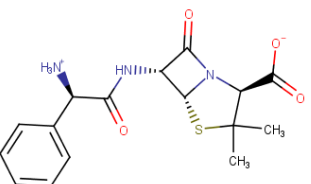
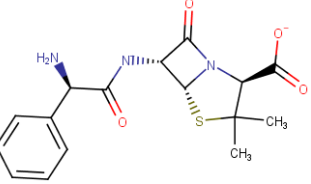
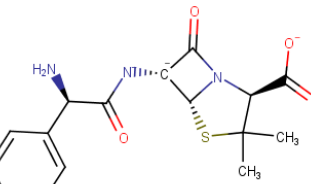


Figura 3.16 Diagrama de distribución de especies para la ampicilina.

El modelado teórico permite identificar los grupos funcionales activos en las especies existentes de la ampicilina, lo que facilita seleccionar el pH óptimo para su adsorción en soluciones acuosas mediante películas de quitosano.

Tabla 3.4 Distribución de especies iónicas y sus pKa de la ampicilina

| Espece                                                                                                      | Rango de pH | Grupo Funcional                | pKa  | pH  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|--------------------------------|------|-----|
| <b>SP1-Catiónica</b><br>   | 3.4 a 14    | Amino (desprotonado)           | 7.4  | 9.6 |
| <b>SP2-Aniónica</b><br>    | 0 a 7.2     | Carboxilo (protonado)          | 3.4  | 0   |
| <b>SP3-Aniónica</b><br>   | 0 a 11.4    | Carboxilo (protonado)          | 5.2  | 5.2 |
| <b>SP4-Catiónica</b><br> | 7.8 a 14    | Amina Terciaria (desprotonado) | 10.4 | 14  |
| <b>SP5-Catiónica</b><br> | 11.2 a 14   | Amina Terciaria (desprotonado) | 12.2 | 14  |



El análisis conjunto de los valores de pKa de la ampicilina y del punto de carga cero (pHpzc) del quitosano entrecruzado (Q-EDGE) permite deducir el mecanismo predominante de adsorción bajo las condiciones experimentales evaluadas. La ampicilina presenta grupos funcionales con pKa en torno a 3–5 (carboxilo) y 7–12 (aminos), lo que genera especies aniónicas dominantes en medios neutros y alcalinos, mientras que el quitosano exhibe un pHpzc de 7.4, siendo su superficie positiva a pH menores y menos positiva o cercana a neutra a pH mayores.

Los resultados experimentales mostraron que la mayor capacidad de adsorción se alcanzó a pH 10, condición en la cual la ampicilina se encuentra principalmente en forma aniónica por desprotonación del grupo carboxilato, mientras que el quitosano conserva dominios con carga positiva residual. Esta situación favorece la atracción electrostática entre el carboxilato de la ampicilina y los grupos amino protonados del quitosano, lo que explica la elevada remoción observada.

A pH 2 y 7, la superficie del quitosano es predominantemente positiva, lo que también permite interacciones electrostáticas, aunque los resultados cinéticos ajustados al modelo de pseudo-segundo orden sugieren que en estas condiciones la quimiosorción (formación de enlaces de hidrógeno y posibles interacciones específicas) contribuye de manera más significativa al proceso.

La evidencia espectroscópica (banda en  $1704\text{ cm}^{-1}$  del anillo  $\beta$ -lactámico en FTIR) confirma la interacción específica de la ampicilina con la matriz polimérica, mientras que las micrografías SEM muestran cavidades y rugosidad superficial que favorecen la difusión y el atrapamiento físico del antibiótico. Asimismo, el mejor ajuste isotérmico al modelo de Sips indica una superficie heterogénea con sitios de distinta energía, lo que respalda la coexistencia de mecanismos electrostáticos y químicos.



En conjunto, los resultados permiten concluir que el mecanismo de adsorción es predominantemente electrostático en condiciones alcalinas (pH 10), complementado por interacciones químicas y efectos de difusión superficial en condiciones ácidas y neutras. Esta combinación de mecanismos explica la alta capacidad de remoción obtenida y la versatilidad de las películas de quitosano como material adsorbente para antibióticos en soluciones acuosas.



## 4 CONCLUSIONES

Las propiedades de las películas de quitosano dependen significativamente de su estado de humedad, siendo más flexibles y resistentes en condiciones húmedas, y más rígidas y quebradizas en estado seco. El análisis de la morfología superficial mediante SEM evidenció acumulación localizada de ampicilina, mientras que los espectros FTIR confirmaron la presencia de las bandas características del antibiótico después del proceso de adsorción. Estos resultados demuestran el potencial de las películas de quitosano para la remoción de ampicilina en soluciones acuosas, empleando el método del área bajo la curva (AUC) mediante espectroscopía UV-Vis como una técnica confiable de cuantificación.

Las películas de quitosano en contacto con ampicilina mostraron la presencia del antibiótico, evidenciada por la banda de adsorción en  $1704\text{ cm}^{-1}$ , característica del anillo  $\beta$ -lactámico, lo que confirma la capacidad de interacción del material con la molécula. El análisis termogravimétrico del quitosano entrecruzado con EDGE mostró tres etapas de degradación: una pérdida de humedad de 6.56% entre  $32\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $96\text{ }^{\circ}\text{C}$ , una despolimerización de 32.38% entre  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $374\text{ }^{\circ}\text{C}$ , y una tercera pérdida de 16.20% entre  $374\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $590\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Por su parte, la curva TGA de la ampicilina indicó una pérdida inicial de 19.18% hasta  $270\text{ }^{\circ}\text{C}$  y una descomposición final de 63.73% alrededor de  $590\text{ }^{\circ}\text{C}$ , confirmando que las películas de quitosano constituyen un material idóneo para la adsorción del antibiótico.

El modelado teórico de pKa de la ampicilina permitió identificar los grupos funcionales activos y los pH óptimos para su adsorción, proporcionando una guía para seleccionar las condiciones más adecuadas en soluciones acuosas. El valor de punto de carga cero (pHpzc) obtenido para las películas Q-EDGE fue de 7.4,



coincidiendo con los resultados de la simulación de pKa. Este valor indica que la superficie del quitosano es catiónica debido a la protonación de los grupos amino ( $\text{NH}_2$  a  $\text{NH}_3^+$ ), lo que confirma que las predicciones teóricas aportan información útil para anticipar el comportamiento experimental.

La identificación de la banda característica de la ampicilina en la región de 190 nm corroboró la dificultad de detección del antibiótico en soluciones con concentraciones bajas ( $<1 \text{ mg/mL}$ ) y también en concentraciones elevadas. Se observó mayor adsorción en condiciones alcalinas, siendo el pH 10 el que presentó la mayor eliminación, lo que permite definir rangos de trabajo óptimos para la adsorción de ampicilina mediante películas de quitosano.

El equilibrio de adsorción se alcanzó aproximadamente a las 4 horas, con capacidades máximas de hasta  $78 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  bajo condiciones óptimas. Los datos cinéticos se ajustaron mejor al modelo de pseudo-segundo orden, lo que sugiere que el mecanismo dominante es la quimiosorción. Sin embargo, al correlacionar los valores de pKa de la ampicilina con el pH<sub>pzc</sub> del quitosano, se deduce que en condiciones alcalinas (pH 10) el mecanismo de adsorción es predominantemente electrostático, debido a la atracción entre el grupo carboxilato aniónico de la ampicilina y los dominios protonados residuales del quitosano. Este mecanismo se ve reforzado por la heterogeneidad superficial, la presencia de cavidades observadas en SEM y las interacciones específicas confirmadas por FTIR.

El modelado de isotermas indicó que el modelo de Sips proporcionó un mejor ajuste que los de Langmuir y Freundlich, lo que implica una adsorción superficial heterogénea. La alta capacidad máxima de adsorción confirma que el material presenta numerosos sitios activos con gran afinidad por la ampicilina, mientras que el valor de  $n$  superior a uno evidencia la heterogeneidad de las superficies



adsorbentes, característica esperada en polímeros entrecruzados. En conjunto, los resultados demuestran que el modelo de Sips ofrece la representación más adecuada del sistema, especialmente a concentraciones elevadas, y validan la eficacia de las películas de quitosano como material para la remoción de antibióticos en soluciones acuosas.



## 5 FUENTES CONSULTADAS

- Abd, K. I., Abbas, A. H., Abed, A. S., Al-Baiati, M. N., & Abood, E. S. (2022).** Nano-Poly Chitosan-Ampicillin Drug: Synthesis, Characterization and Cytotoxicity. *Egyptian Journal of Chemistry*, 65(SI:13), 1313–1318. <https://doi.org/10.21608/ejchem.2022.150425.6518>
- Arteaga-Céh, D. A., & Lozada-Coronel, J. (2024).** Determinación del espectro infrarrojo de Penicilina G usando TFD. *Revista de Investigación en Ciencias Biomédicas*, 12(23), [art. 1170]. <https://doi.org/10.29057/icbi.v12i23.11706>
- Avila-Camacho, F. J., Moreno-Villalba, L. M., Cerón-Montes, G. I., Garrido-Hernández, A., Cardoso-Chávez, C. A., & Pacheco-Piña, C. J. (2021).** Diseño de un espectrofotómetro UV-VIS de bajo costo para la industria bioquímica: Una Revisión. *Pädi*, 9(Especial2), 19–28. <https://doi.org/10.29057/icbi.v9iEspecial2.7788>
- Ayala-Gutierrez, D., Zavala-Arce, R. E., & Garcia-Gonzalez, A. (2025).** Evaluation of the effect of chitosan-based film thickness on the adsorption of tartrazine (yellow No. 5). *MRS Advances*, 10, 789–794. <https://doi.org/10.1557/s43580-025-01242-7>
- Bakatula, E. N., Richard, D., Neculita, C. M., & Zagury, G. J. (2018).** Determination of point of zero charge of natural organic materials. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(12), 1115–1127.
- Balakrishnan, A., Appunni, S., Chinthala, M., Jacob, M. M., Vo, D.-V. N., Reddy, S. S., & Kunnel, E. S. (2023).** Chitosan-based beads as sustainable adsorbents for wastewater remediation: A review. *Environmental Chemistry Letters*.
- Barbosa, M. A., Gonçalves, I. C., Moreno, P. M. D., Gonçalves, R. M., Santos, S. G., Pêgo, A. P., & Amaral, I. F. (2017).** 2.13 Chitosan. En *Comprehensive Biomaterials II* (pp. 279–305). Elsevier.
- Bouaziz, N., Kouira, O., Aouaini, F., Bukhari, L., Knani, S., Znaidia, S., & Lamine, A. Ben. (2023).** Adsorption of antibiotics by bentonite-chitosan composite: Phenomenological modeling and physical investigation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 242, 125156.
- Calla Taípe, K. F., & Meza García, M. A. (2021).** Métodos fisicoquímicos para la eliminación de contaminantes emergentes en aguas residuales: Revisión sistemática (Tesis de licenciatura en Ingeniería Ambiental). Universidad César Vallejo, Facultad de Ingeniería y Arquitectura.



- Chhabra, S., Taksande, A. B., & Munjewar, P. (2024).** The Penicillin Pioneer: Alexander Fleming's Journey to a Medical Breakthrough. *Cureus*, 16(7), e65179. <https://doi.org/10.7759/cureus.65179>
- Checa Artos, M., Sosa del Castillo, D., Ruiz Barzola, O., & Barcos-Arias, M. (2021).** Presencia de productos farmacéuticos en el agua. *Revista Bionatura*, 6(1), 27–35. <https://doi.org/10.21931/RB/2021.06.01.27>
- ChemAxon. (2025).** *MarvinSketch* [Software de visualización y edición química]. ChemAxon. Disponible en: <https://chemaxon.com/products/marvin>
- Dawadi, S., Thapa, R., Modi, B., Yadav, R. P., Aryal, B., Bhandari, S., ... Parajuli, N. (2021).** Technological advancements for the detection of antibiotics in food products. *Processes*, 9(1500).
- de Andrade, J. R., Oliveira, M. F., da Silva, M. G. C., & Vieira, M. G. A. (2018).** Adsorción de productos farmacéuticos. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57(9), 3103–3127. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b05137>
- Dziedzic, I., & Kertmen, A. (2023).** Methods of chitosan identification: History and trends. *Letters in Applied NanoBioScience*, 12(4), 94.
- Fan, B., Yang, D., Feng, Q., He, Y., He, W., & Huang, M. (2024).** Functional polyvinyl alcohol/chitosan... *Processes*, 12(10), 2068. <https://doi.org/10.3390/pr12102068>
- Foo, K. Y., & Hameed, B. H. (2010).** Insights into modeling adsorption isotherms. *Chemical Engineering Journal*, 156(1), 2–10.
- García González, A. (2016).** Estudio de adsorción de tartracina en condiciones estáticas y dinámicas de flujo con un criogel de Q-C (Tesis de maestría). Instituto Tecnológico de Toluca, Metepec, Estado de México.
- García González, A. (2021). Estudio de adsorción de colorantes sintéticos disueltos en agua con biopolímeros a base de quitosano [Tesis doctoral, Instituto Tecnológico de Toluca]. Tecnológico Nacional de México. <https://rinacional.tecnm.mx/bitstream/TecNM/10436/1/ALFREDO%20GARC%c3%8dA%20GONZ%c3%81LEZ.pdf>
- García-González, A., Zavala-Arce, R. E., Avila-Pérez, P., Salazar-Rábago, J. J., Garcia-Rivas, J. L., & Barrera-Díaz, C. E. (2025). Effect of Protonated Media on Dye Diffusion in Chitosan–Cellulose-Based Cryogel Beads. *Gels*, 11(10), 770. <https://doi.org/10.3390/gels11100770>
-



- García Rodríguez, J., & Alvarez Torrellas, S. (2014).** Adsorción de contaminantes emergentes sobre carbón activado: Eliminación de cafeína y diclofenaco mediante adsorción en lecho fijo. *Editorial Académica Española*.
- Garcia-Rodriguez, J., Alvarez, S., & Santana, R. D. (2019).** Adsorción bicomponente de contaminantes emergentes. *Editorial Académica Española*.
- Gomes, L. C., & Mergulhão, F. J. (2017).** SEM Analysis of surface impact on biofilm antibiotic treatment. *Scanning*, 2017. <https://doi.org/10.1155/2017/2960194>
- Haghseresht, F. L. (1998).** Adsorption characteristic of phenolic compounds. *Energy & Fuels*, 12, 1100–1107.
- Hastuti, B., Isnaini, R. N., Hadi, S., & Kamari, A. (2024).** Preparation and characterization of zinc crosslinked chitosan membrane. *RASĀYAN Journal of Chemistry*, 17(4), 1827–1836.
- Hussein-Al-Ali, S. H., El Zowalaty, M. E., Hussein, M. Z., Ismail, M., Webster, T. J., & Abdullah, R. (2014).** Synthesis, characterization and antimicrobial activity of an ampicillin-conjugated magnetic nanoantibiotic for medical applications. *International Journal of Nanomedicine*, 9, 3801–3814.
- Jiménez Beltrán, D., de Lora, F., Sette Ramalho, R. (1996).** *Introducción a los procesos de tratamiento de aguas residuales* (2.<sup>a</sup> ed., versión en español). Editorial Reverté. (Edición reimpressa en 2003). ISBN: 84-291-7975-5
- Kaczorowska, M. A., & Bożejewicz, D. (2024).** The Application of Chitosan-Based Adsorbents for the Removal of Hazardous Pollutants from Aqueous Solutions—A Review. *Sustainability*, 16, 2615.
- Kalam, S., Abu-Khamsin, S. A., Kamal, M. S., & Patil, S. (2021).** Isotermas de adsorción de tensioactivos. *ACS Omega*, 6(48), 32342–32348.
- Karpova, S. P., Blazheyevskiy, M. Y., & Mozgova, O. O. (2018).** Development of UV-spectrophotometric AUC method. *IJPSR*, 9(8), 3556–3560.
- Khatoun, N., Alam, H., Khan, A., Raza, K., & Sardar, M. (2019).** Ampicillin silver nanoformulations. *Scientific Reports*, 9, 6848.
- Kumar, A., Patra, C., Rajendran, H. K., & Narayanasamy, S. (2022).** Activated carbon–chitosan adsorbent. *Chemosphere*, 307, 135806.
-



- Levine, I. N. (1988).** *Fisicoquímica* (3.<sup>a</sup> ed.). McGraw-Hill.
- Liang, R., Zhang, D., Guo, J., ... Huang, F. (2024).** Plasma-assisted chitosan hydrogels. *International Journal of Molecular Sciences*, 25(4), 2418.
- Maron, S., & Prutton, C. F. (2002).** *Fundamentos de fisicoquímica*. Limusa.
- Maturano-Carrera, D., Oltehua López, O., Cuervo López, F. M., & Texier, A. C. (2025).** Removal of ampicillin with nitrifying cultures. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 197, 2624–2638.
- McKeen, L. W. (2010).** Introduction to plastics and polymers. En *Fatigue and Tribological Properties...* William Andrew.
- Metcalf & Eddy, Inc. (2015).** *Ingeniería de aguas residuales: Tratamiento y reutilización* (5.<sup>a</sup> ed.). McGraw-Hill.
- Milquez Sanabria, H. A., & Montagut, J. C. (2023).** Impacto de los contaminantes emergentes en el entorno acuático y los tratamientos para el control y remoción en los cuerpos hídricos. Revisión literaria. *Ingeniería y Competitividad*, 25(3), e-30412551. <https://doi.org/10.25100/iyc.v25i3.12551>
- .
- Mirzaei, A., Haghighat, F., Chen, Z., & Yerushalmi, L. (2019).** Sonocatalytic removal of ampicillin. *Journal of Hazardous Materials*, 375, 86–95.
- Nguyen, V. N., Wang, S.-L., Nguyen, T. H., ... (2024).** Chitosan/starch nanocomposites with ampicillin. *Polymers*, 16(18), 2647.
- Nonfodji, O. M., Fatombi, J. K., Ahoyo, T. A., Osseni, S. A., & Aminou, T. (2020).** Performance of Moringa oleifera seeds protein and Moringa oleifera seeds protein–polyaluminum chloride composite coagulant in removing organic matter and antibiotic resistant bacteria from hospital wastewater. *Journal of Water Process Engineering*, 38, 101620.
- O'Neill, J. (2016).** *Tackling drug-resistant infections globally: Final report and recommendations*. Review on Antimicrobial Resistance; Wellcome Trust & HM Government.
- Ordóñez, S., & Díaz, E. (2011).** Physicochemical treatment methods. En *Water purification & management* (pp. 57–59). Springer. [https://doi.org/10.1007/978-94-007-1379-0\\_2](https://doi.org/10.1007/978-94-007-1379-0_2)
-



- Organización Mundial de la Salud. (2017).** Guías para la calidad del agua de consumo humano: Cuarta edición que incorpora la primera adenda. Ginebra: OMS. Recuperado de <https://www.who.int/es/publications/i/item/9789241549950>
- Organización Panamericana de la Salud. (2022).** *Resistencia a los antimicrobianos*. Organización Panamericana de la Salud. <https://www.paho.org/es/temas/resistencia-antimicrobianos>
- Ortiz-Anaya, I. (2020).** Adsorción de ampicilina y trimetoprima (Tesis de maestría). Universidad Autónoma Metropolitana, Ciudad de México.
- Prasad, R. D., Prasad, R. S., Prasad, R. B., Prasad, S. R., Singh, S. B., Singh, A. D., Prasad, R. J., Teli, S. B., Sinha, P., Vaidya, A. K., Saxena, S., Saxena, U. R., Harale, A., Deshmukh, M. B., Padvi, M. N., & Navathe, G. J. (2024).** A review on modern characterization techniques for analysis of nanomaterials and biomaterials. *ES Energy & Environment*, 23, 1087. <https://doi.org/10.30919/ese1087>
- Ramalho, R. S. (1990).** *Tratamiento biológico de aguas residuales*. Editorial Reverté.
- Román-Doval, R., Torres-Arellanes, S. P., Tenorio-Barajas, A. Y., Gómez-Sánchez, A., & Valencia-Lazcano, A. A. (2023).** Chitosan: Properties and its application in agriculture in context of molecular weight. *Polymers*, 15(13), 2867. <https://doi.org/10.3390/polym15132867>
- Romero-Serrano, I. D., & Pereira, J. (2020).** Quitosano, un biomaterial versátil. *Revista Ingeniería UC*.
- Sarmiento, D., & Soledad, B. (2021).** Método para analizar ampicilina. *EDUCAB*, 12, 95–105.
- Shi, H., Wang, Q., etc. (2020).** Removal of amoxicillin. *Journal of Water Process Engineering*, 38.
- Shukla, S. R., & Pai, R. S. (2005).** Adsorption of Cu(II), Ni(II) and Zn(II) on dye-loaded groundnut shells and sawdust. *Separation and Purification Technology*, 43(1), 1–8.
- Singh, S., & Patel, A. (2022).** AUC method for remdesivir. *International Journal of Applied Pharmaceutics*, 14(3), 150–156.
- Suzuki, M. (1990).** *Adsorption engineering*. Kodansha Ltd.; Elsevier Science Publishers.
- Valladares-Cisneros, M. G., Valerio-Cárdenas, C., de la Cruz-Burelo, P., & Melgoza-Alemán, R. M. (2017).** Adsorbentes no-convencionales, alternativas sustentables para
-



el tratamiento de aguas residuales. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, 16(31), 55–73. <https://doi.org/10.22395/rium.v16n31a3>

**Vanegas-Múnera, J. M., & Jiménez-Quiceno, J. N. (2020).** Resistencia antimicrobiana en el siglo XXI: ¿hacia una era postantibiótica? *Revista Facultad Nacional de Salud Pública*, 38(1), e337759. <https://doi.org/10.17533/udea.rfnsp.v38n1e337759>

**Venkateshaiah, A., Padil, V. V. T., Nagalakshmaiah, M., Wacławek, S., Černík, M., & Varma, R. S. (2020).** Microscopic techniques for the analysis of micro and nanostructures of biopolymers and their derivatives. *Polymers*, 12(3), 512.

**Wang, J., & Guo, X. (2020).** Adsorption kinetic models: Physical meanings, applications, and solving methods. *Journal of Hazardous Materials*, 390, 122156. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122156>

**Wang, J., & Guo, X. (2023).** Adsorption kinetics and isotherms overview. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 53(2), 123–161. <https://doi.org/10.1080/10643389.2022.2041234>

**Wu, X., Zhang, Y., Li, J., Chen, H., & Zhao, L. (2024).** A comparative study of removal of Acid Red 27 by adsorption on four different chitosan morphologies. *Polymers*, 16(7), 1019. <https://doi.org/10.3390/polym16071019>

**Wightman, R. (2022).** Overview of cryo-scanning electron microscopy techniques for plant imaging. *Plants*, 11(9), 1113.

**Wu, X., Zhang, Y., Li, J., Chen, H., & Zhao, L. (2024).** A comparative study of removal of Acid Red 27 by adsorption on four different chitosan morphologies. *Polymers*, 16(7), 1019.

**Zhang, Y., Zhang, X., & Wang, S. (2023).** Recent advances in the removal of emerging contaminants from water by novel molecularly imprinted materials in advanced oxidation processes—A review. *Science of The Total Environment*, 883, 163702.