

## OPTIMIZACIÓN DE LA SÍNTESIS DE TRIMETILQUITOSANO

H. ORTEGA<sup>1</sup>, G. CADENAS<sup>1</sup>, B. GUTIERREZ<sup>2</sup>, J. A. RODRÍGUEZ<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación en Química Aplicada, Blvd. E. Reyna #140, Saltillo, México. CP 25253. Email: [horteiga@ciqua.mx](mailto:horteiga@ciqua.mx)

<sup>2</sup> Fac. de Ciencias Químicas, UAdeC, Blvd. V. Carranza, Col. Republica Ote., Saltillo, CP 25000.

El quitosano (CS) es el único polisacárido catiónico natural; ello le confiere características especiales que lo hacen útil en numerosas aplicaciones.

El CS presenta los grupos reactivos hidroxilo primarios (C6), secundarios (C3) y el grupo amino (C2) en cada unidad repetitiva, que pueden reaccionar formando derivados de CS [1].

Rúnarsson *et al.* prepararon derivados trimetilados a partir de CS de bajo peso molecular mediante un procedimiento de síntesis que involucra tiempos de reacción largos y exceso de reactivos logrando obtener CS trimetilado con buen rendimiento [2].

En el presente trabajo se pretende obtener derivados metilados de CS ensayando condiciones de reacción más eficaces a las reportadas anteriormente.

El CS se disolvió en ácido acético al 1% y se mezcló con *N,N*-dimetilformamida (DMF), en una relación v/v 1:1, posteriormente se hizo reaccionar con  $\text{CH}_3\text{I}$  empleando la relación molar 1:1.5 ( $T=50^\circ\text{C}$ , 24 Hrs), el producto obtenido fue identificado como Derivado 1. Las condiciones de reacción para el Derivado 2 fueron relación molar CS: $\text{CH}_3\text{I}$  de 1:3,  $T=40^\circ\text{C}$ , 24 Hrs y una relación v/v CS:DMF de 10:1. La variación en los parámetros de las reacciones se hicieron buscando principalmente disminuir la cantidad de  $\text{CH}_3\text{I}$  y de disolvente que son reactivos caros. Los derivados metilados fueron caracterizados mediante FT-IR y RMN  $^1\text{H}$ .

Los rendimientos para los Derivados 1 y 2 fueron 78% y 80%, respectivamente. Referente a la solubilidad, se disuelven más fácilmente que el CS en soluciones débilmente ácidas y se hinchan en agua.

El espectro de infrarrojo de los Derivados 1 y 2 (Figura 1) presentan las bandas en  $2,940\text{ cm}^{-1}$  y  $1,460\text{ cm}^{-1}$  que confirman la presencia de los derivados metilados de CS [3]. Por otra parte, se observa una disminución muy marcada en la bandas de los grupos  $-\text{OH}$  y  $-\text{NH}_2$ , lo que sugiere la formación de la funcionalidad  $-\text{OCH}_3$  en los carbonos C-3 y C-6 del CS. Las bandas en  $1,100\text{ cm}^{-1}$  y  $3,450\text{ cm}^{-1}$  confirmaron este hecho.

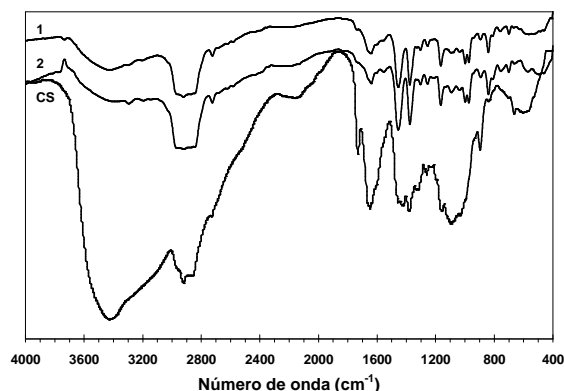


Figura 1. Espectro de infrarrojo del CS y los derivados metilados del quitosano.

El espectro de RMN  $^1\text{H}$  (Fig. 2) presenta las señales en 3.3 y 3.5 ppm correspondientes a la funcionalidad  $-\text{N}(\text{CH}_3)_3$  y  $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ , respectivamente [2]. Las señales en 4.2 y 4.4 ppm corresponden a la O-metilación.

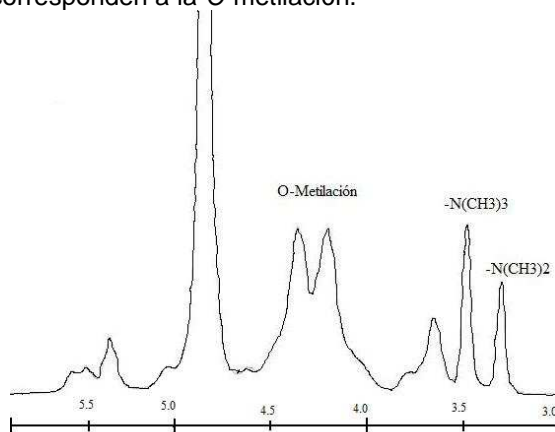


Figura 2. Espectro de RMN  $^1\text{H}$  del Derivado 1 disuelto en  $\text{D}_2\text{O}/\text{DCI}$  ( $C_p = 10\text{ g/L}$ ); 20 scans.

Se logró obtener derivados metilados de CS empleando un método de síntesis sencillo y económico con rendimientos altos. Las condiciones de reacción permitieron la obtención de O-metilación y N-metilación.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al CONACyT por su apoyo al proyecto 80425.

## REFERENCIAS

1. Lim, S. H.; Hudson, S. M. *Journal of Macromolecular Science* 43, (2003), 223.
2. Rúnarsson; Ö. V., Holappa; J. Jónsdóttir; S. Steinsson; H. Másson, M. *Carbohydrate Polymers* 74(2008), 740.
3. Cheng Ho Kim, Jang Won Choi, Heung Jae Chun, Kyu Suk Choi. *Polymer Bulletin*, 38 (1997), 387.