

La Gaceta

ÓRGANO OFICIAL

DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

////////////////////////////////////
AÑO LVII LIMA 17 DE MAYO DE 2021 NÚMERO 051
////////////////////////////////////

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

Escuela Central de Posgrado

Se invita a la comunidad universitaria a participar de la videoconferencia de la defensa pública virtual de la Tesis de **DOCTORADO EN CIENCIAS CON MENCIÓN EN QUÍMICA**, de la M.Sc. Anais Elena Aduato Ureta, a realizarse el día jueves 20 de mayo, a las 10 h 00.

TÍTULO DE LA TESIS:

"DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL ION METÁLICO Cd²⁺ EN MUESTRAS DE AGUA MEDIANTE UN SENSOR BASADO EN UN POLÍMERO HÍBRIDO CON IMPRESIÓN IÓNICA (IIHP)"

ASESOR LOCAL:

Dr. GINO ITALO PICASSO ESCOBAR

Coordinador del Programa del Doctorado en Química-Facultad de Ciencias Universidad Nacional de Ingeniería

ASESORA EXTERNA:

Dra. MARÍA DEL PILAR TABOADA SOTOMAYOR
Universidade Estadual Paulista - BRASIL

RESUMEN

El presente trabajo de tesis tiene como finalidad la detección y cuantificación del ion metálico Cd²⁺ en soluciones acuosas y muestras de agua mediante un sensor basado en un polímero híbrido impreso iónico (IIHP). Se sintetizaron varios polímeros híbridos impresos iónicos (IIHPs) mediante un proceso de polimerización utilizando Cd²⁺ como plantilla, 1- vinilimidazol (VIN) y 4-vinilpiridina (VP) como el monómero funcional, (3-mercaptopropil) trimetoxisilano (MP) y (3- aminopropilo) trimetoxisilano (AMP) como organosilano funcional, trimetilolpropatino (TRIM) como agente reticulante y 2,2'-azobis-isobutironitrilo (AIBN) como iniciador radical.

Para fines comparativos se sintetizaron su respectivo polímero sin impresión iónica (NIHP). La interacción del ion metálico Cd²⁺ con el átomo de nitrógeno del anillo de la piridina (VP) o del imidazol (VIN) y del grupo tiol (SH) del MP o del grupo amina (NH₂) de AMP permitieron la formación de los complejos de coordinación de Cd²⁺. Los monómeros funcionales se seleccionaron considerando cálculos basados en la teoría funcional de la densidad (DFT).

Los materiales sintetizados se caracterizaron por microscopía electrónica de barrido acoplado a una espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (SEM-EDS), espectroscopía infrarroja (FTIR) y análisis termogravimétrico (TGA). En general, el modelo cinético que presentó un mejor ajuste con los resultados experimentales de adsorción, fue el modelo de pseudo-segundo orden.

Con respecto a las isothermas de adsorción de Cd^{2+} , se encontró un mejor ajuste con el modelo Langmuir. La capacidad máxima de adsorción de Cd^{2+} se logró a un pH de 7.2 en el medio Tris-HCl. Los coeficientes de selectividad relativa (k') de los polímeros híbridos para $\text{Cd}^{2+}/\text{Pb}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Cu}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Zn}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Ni}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Hg}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Ca}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Mg}^{2+}$ y $\text{Cd}^{2+}/\text{Na}^{+}$ fueron mayores a uno indicando una adecuada creación de sitios de reconocimiento específicos para iones Cd^{2+} producto de la impresión realizada durante la síntesis. En síntesis, se observó a lo largo del estudio de adsorción que el polímero IIHP-VIN-MP (polímero sintetizado utilizando el monómero VIN y el organosilano MP) presentó resultados más eficientes en comparación con el resto de los polímeros híbridos impresos iónicos.

Con respecto al estudio electroquímico, se desarrolló un nuevo sensor electroquímico para el reconocimiento selectivo y la cuantificación de Cd^{2+} en agua utilizando un electrodo de pasta de carbono (EPC) modificado con el polímero IIHP-VIN-MP. La cuantificación de Cd^{2+} se llevó a cabo empleando la técnica de voltamperometría de separación anódica de pulso diferencial (DPASV).

Asimismo, al comparar las señales de respuesta de los sensores EPC/IIHP-VIN-MP y EPC/NHIP-VIN-MP se observó una clara diferencia en la señal de corriente debido al proceso de impresión del ion Cd^{2+} en el material IIHP-VIN-MP. Al optimizar los parámetros de medida y operacionales de la cuantificación de Cd^{2+} , se evidenció que se obtiene una mejor señal de respuesta en medio de HCl 0.1 mol L^{-1} con 20 mg de IIHP-VIN-MP y 80* mg de polvo de grafito y a un potencial de deposición de -1.2 V con un tiempo de deposición de 300 s.

El sensor EPC/IIHP-VIN-MP mostró un LD y LC de 0.10 $\mu\text{g L}^{-1}$ y 0.34 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente. Se reportaron 3 rangos lineales: de 1 a 100 $\mu\text{g L}^{-1}$ Cd^{2+} ($r=0.999$), de 100 a 2750 $\mu\text{g L}^{-1}$ Cd^{2+} ($r=0.998$) y de 2750 a 5000 $\mu\text{g L}^{-1}$ Cd^{2+} ($r=0.997$). Los iones interferentes estudiados en este trabajo no mostraron variación en las señales de respuesta del ion Cd^{2+} , obteniéndose valores de porcentaje de recuperación por encima del 90% en la cuantificación de 50 $\mu\text{g L}^{-1}$ de Cd^{2+} . La validación del método se realizó de manera exitosa para 3 tipos de matrices (agua de consumo, agua residual doméstico y agua de río). Con respecto a la aplicación del sensor en la cuantificación de muestras reales, los resultados demostraron que este método es válido para el fin propuesto.

