

ESTUDIO PRELIMINAR DE LA CRISTALINIDAD DE LOS PRODUCTOS OBTENIDOS DE LOS DESECHOS DE PIÑA

Svetlana Nikolaeva*

María Sibaja**

Manuel Moya**

Marlen Durán**

S

e llevó a cabo un estudio comparativo entre la cristalinidad de la celulosa y carboximetilcelulosa obtenidas de la cáscara de piña y las utilizadas comercialmente. Se encontraron algunas diferencias en cuanto a los planos cristalinos de las celulosas.

INTRODUCCION

Desde hace algunos años se realizan investigaciones dentro del programa de Desechos Agroindustriales, que se llevan a cabo en el Laboratorio de Polímeros del Departamento de Química de la Universidad Nacional, con el objetivo de obtener materiales poliméricos semicristalinos a partir de diferentes desechos agroindustriales^(1, 2, 3, 4).

En la actualidad estos desechos no tienen casi ningún tipo de uso y se botan en grandes cantidades, contaminando de esta manera el ambiente. Los productos obtenidos de los desechos lignocelulósicos pueden ser utilizados para diferentes propósitos^(3, 4) en la industria nacional. Para caracterizar estos materiales se realizaron diferentes pruebas y estudios de sus propiedades, una de las cuales fue la determinación de la cristalinidad, la cual influye considerablemente en las propiedades de

los compuestos poliméricos y las condiciones de reacción.

Los análisis por difracción de rayos X suministran información muy valiosa sobre la diferencia en la estructura de materiales, permiten comparar sus grados de cristalinidad y a la vez tomar decisiones sobre el mejoramiento del método de obtención y sus propiedades.

Se realizó un estudio comparativo entre la cristalinidad de desechos de cáscara de piña y sus derivados celulósicos, tales como celulosa y carboximetilcelulosa (CMC), y se comparó con materiales industriales.

PARTE EXPERIMENTAL

Obtención de materiales

La celulosa de piña y carboximetilcelulosa de piña fueron obtenidas según los métodos descritos por M. Sibaja y colaboradores^(1, 3).

Difracción de rayos X

Se analizaron los siguientes materiales obtenidos de los desechos de piña: cáscara sin tratamiento, celulosa y carboxime-

* Departamento de Física, UNA.

** Departamento de Química, UNA.

tilcelulosa, las cuales fueron comparadas con los productos comerciales (celulosa nativa y carboximetilcelulosa de Merck).

Preparación de muestras

Los materiales fueron pulverizados y tamizados para obtener un tamaño de partícula no mayor de 300 Å y secados durante 2 horas a una temperatura de 60°C.

Análisis

La muestra ya preparada se colocó en un portamuestras rectangular y se compactó por medio de presión manual. Se analizó en un difractómetro de rayos X marca Rigaku, tipo Geigerflex 2013 con tarjeta de cobre y aditamento para fibras. El análisis se llevó a cabo bajo las siguientes condiciones: voltaje del tubo 40 Kv, corriente del tubo 20 mA, potencia del tubo 1 kW, rango 2 K, velocidad de barrido 2°/min, colimador con el diámetro de 2 mm, el ancho de la ventana horizontal 5 mm, el ancho de la ventana vertical 3 mm, velocidad de papel 20 mm/min. El barrido se realizó entre los ángulos 8° y 42° y se obtuvieron los difractogramas

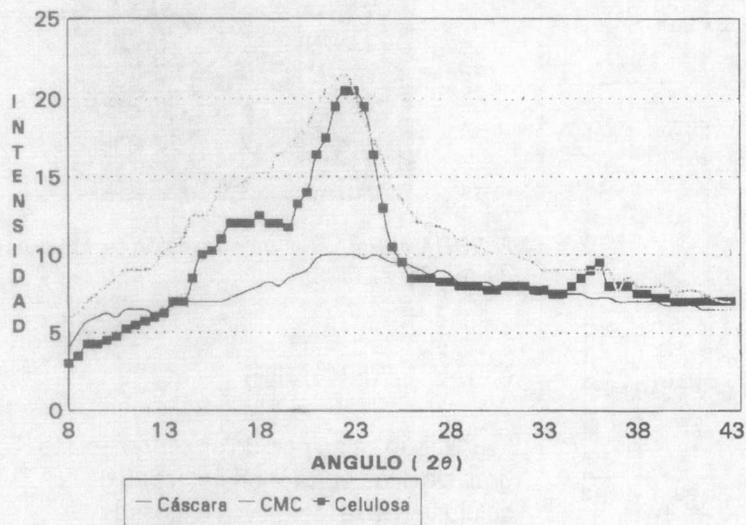


FIGURA 1. Difractogramas de los productos obtenidos de los desechos de piña.

correspondientes a cada una de las muestras. El grado de cristalinidad se determinó utilizando el método descrito por Klug H., Alexander L. y Sakurai K.^(5, 6, 7).

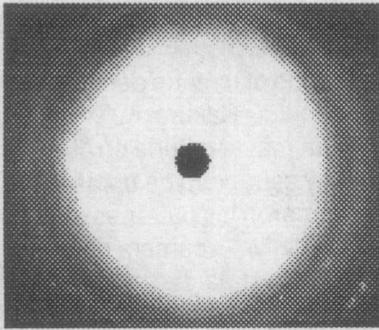
Para tener un mayor criterio en cuanto a la cristalinidad y estructura de estos materiales, se tomaron los patrones de difracción por medio de la cámara de Laue para las mismas muestras. Estos análisis fueron realizados bajo las siguientes condiciones: voltaje del tubo 38 kV, corriente del tubo 18 mA, distancia 35 mm entre la cámara y el film, tiempo de exposición 4 horas.

Análisis de resultados

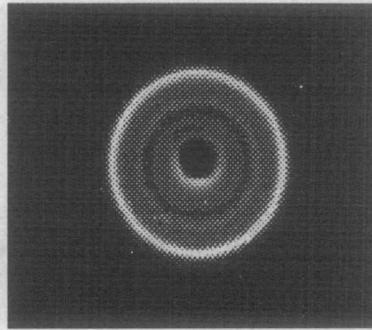
Analizando los difractogramas obtenidos se aprecia que la cristalinidad varía para los diferentes productos y que fue mayor para cáscara de piña y celulosa de piña tal y como se puede observar en la Figura 1, la cual muestra que los picos correspondientes a celulosa de piña y a la cáscara de piña son más pronunciados. En los patrones de difracción de celulosa de piña y cáscara de piña (Figura 2), utilizando la cámara de Laue, los círculos concéntricos bien definidos confirman la misma tendencia. Los picos en los difractogramas y los círculos en los patrones de difracción son producto de la difracción de los planos cristalinos de cada sustancia.

En las Figuras 2 y 4 se puede observar que las carboximetilcelulosas obtenidas a partir de la celulosa de cáscara de piña y de celulosa nativa Merck, son amorfas, tal y como lo indican los difractogramas respectivos, puesto que no presentan picos altos a ningún ángulo específico lo que también confirman las fotos en las cuales se ven solamente los halos correspondientes a las sustancias amorfas.

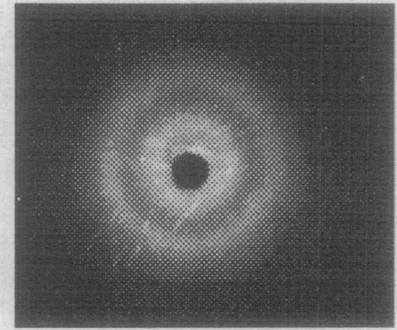
Según fue demostrado por Hatakeyama y colaboradores⁽⁸⁾ el grado de cristalinidad de las carboximetilcelulosas disminuye con el incremento del grado de sustitución. El mecanismo de carboximetilación de celulosa ocurre primero en la región amorfa de la celulosa, donde el grupo carboximetilo amplía la



Cáscara de piña



Celulosa de piña



CMC de piña

FIGURA 2. Patrones de difracción de los productos obtenidos de los desechos de piña.

distancia intermolecular lo que facilita la penetración de los reactivos a la región cristalina. La ruptura de la estructura cristalina ocurre gradualmente por difusión de los reactivos.

Para los productos comerciales tales como la celulosa nativa de Merck y la carboximetilcelulosa obtenida de celulosa nativa de Merck se observa el mismo comportamiento en cuanto a la cristalinidad. La sustancia más cristalina es la celulosa mientras que la CMC es amorfa como se puede apreciar en las Figuras 3 y 4.

Comparando los patrones de difracción de la celulosa de piña con la comercial se encontró que la posición de los anillos de los planos cristalinos de estas sustancias no corresponden entre sí, indicando de esta manera que existen diferencias entre las mismas.

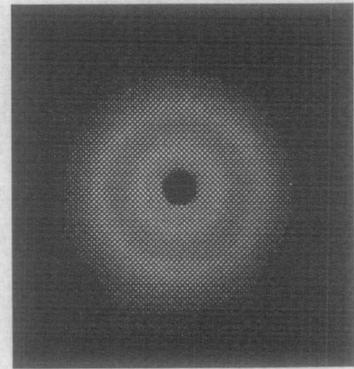
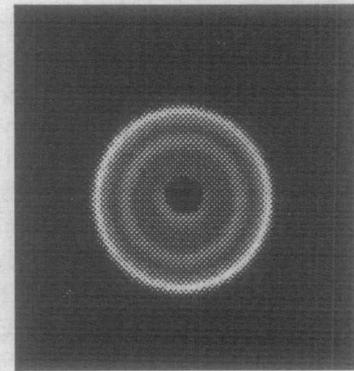
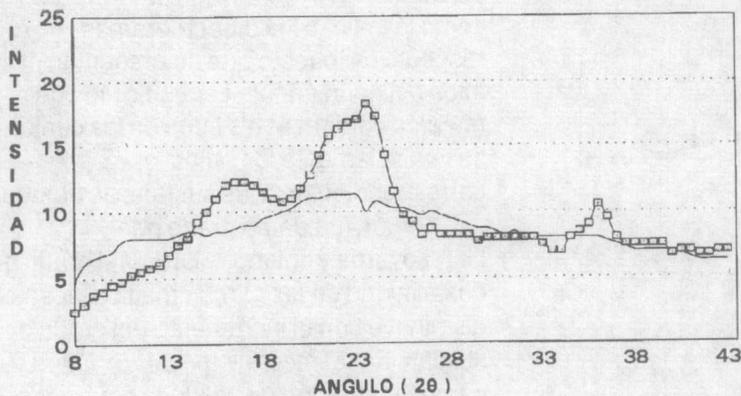


FIGURA 4. Patrones de difracción de los productos comerciales.

FIGURA 3. Difractogramas de los productos comerciales.



— CELULOSA MERCK - - - CMC MERCK

CONCLUSIONES

Según se ha podido observar, existe gran similitud entre la cristalinidad de la celulosa nativa Merck y la celulosa obtenida a partir de cáscara de piña.

Se encontró que la carboximetilcelulosa obtenida es amorfa y se hará un estu-

Los autores agradecen la colaboración de Dr. Takahashi T. y de Dr. Sakurai K. de la Universidad de Fukui, Japón. Este trabajo se ejecutó dentro del marco del Proyecto "Aprovechamiento de desechos agroindustriales" financiado por el BID-CONICIT.

dio más detallado variando los tiempos de reacción y los grados de sustitución para determinar la variación de cristalinidad durante el proceso de carboximetilación.

Dadas las similitudes encontradas se puede concluir que los materiales obtenidos de desechos de piña, podrían ser utilizados en sustitución de los homólogos comerciales.

Por otro lado para comprender mejor las diferencias en cuanto a la estructura de la CMC estudiadas en este trabajo, se planea desarrollar un estudio más profundo en este sentido.

BIBLIOGRAFIA

1. Sibaja M., Moya M., Durán M., Pereira R., Madrigal R. Caracterización química de algunos desechos agroindustriales en Costa Rica. *UNICIENCIA*, 5 (1-2), pp. 27-32, 1988.
2. Sibaja M., Durán M., Bolaños R., Mata J.F. Estudio morfológico preliminar de la fibra cruda y deslignizada de piña, *Ing. Cien. Quím.* Vol. 6, no. 2, 1982.
3. Durán M., Moya M., Sibaja M. Obtención de carboximetilcelulosa de desechos agroindustriales, *Ing. Cien. Química.* Vol. 13, No. 2, 1991.
4. Moya M., Durán M., Sibaja M. Utilización de residuos agroindustriales, *Ing. Cien. Quím.* Vol. 12, No. 1-2, 1988.
5. Klug H., Alexander L., *X-Ray diffraction procedures*, USA, Editorial John Willey, Sons. Inc., 1966.
6. Sakurai K., Shibano T., Takahashi T. Influence of acid solvents and chemical treatments in cristal structure of chitosan, *Memories of the Faculty of Engineering Fukui University*, Japan, Vol. 33, no. 1, 1985.
7. Sakurai K., Takagi M., Takahashi T. *Crystal structure of chitosan. 1. Unit cell parameters*. Sen. I Gakkaishi, Japan, vol. 40, no. 7, 1984.
8. Hatakeyama H., at all. *Research on the development of cellulosic products from tropical and subtropical plants*. Report of International research and development cooperation ITIT Projects, Japan, IPRI, 1987.