

INVESTIGACION DE ALCALI CELULOSA OBTENIDO DE PULPA DE BAGAZO MEDIANTE RMN DE SODIO 23

OSCAR QUINTELA*, JURGEN KUNZE** y DIETER PAUL**

* UNIDAD DE INVESTIGACION-PRODUCCION DE LA CELULOSA DEL BAGAZO CUBA-9

** INSTITUTO DE QUIMICA DE POLIMEROS. ACADEMIA DE CIENCIAS DE LA RDA

Resumen

El conocimiento de la formación y estructura del álcali celulosa aún se mantiene vigente dada la importancia práctica de este producto. En los últimos años se han empleado modernas técnicas analíticas para profundizar en este aspecto como es el caso de los métodos de resonancia magnética nuclear (RMN) en estado sólido. En este trabajo se aplica RMN de sodio 23 a diferentes muestras de álcali celulosa obtenidas de pulpa de bagazo y se comparan los resultados con los obtenidos con linters de algodón por otros autores.

Abstract

The knowledge of alkali cellulose structure and formation is very effective, because of practical importance of this product. In the last years there were employed the modern analytic techniques, such as the methods of NMR in solid state in order to deep in this aspect. At present work there was applied NMR sodium 23 in different samples of alkali cellulose, obtained from bagasse pulp and were compared the results with alkali cellulose of cotton linters, obtained by other authors.

Introducción

En los últimos años debido a la importancia actual que tiene el conocimiento de la formación y estructura del álcali celulosa (considerado el producto técnico más importante de la celulosa), se han empleado para su estudio modernas técnicas analíticas como es el caso de los métodos de resonancia magnética nuclear (RMN) y entre ellos el de sodio 23 de alta resolución en estado sólido¹⁻³. El empleo de esta técnica tiene como ventaja poder analizar directamente en la muestra de álcali celulosa los estados de enlace del sodio y, de esta forma, recibir mayor información del sistema celulosa/NaOH/agua. El objetivo del presente trabajo fue realizar un estudio preliminar aplicando esta técnica a diferentes muestras de álcali celulosa elaboradas a partir de pulpa para disolver de bagazo y analizar su comportamiento.

Materiales y Métodos

Se utilizó pulpa de bagazo pre-hidrólisis sulfato cuyas principales propiedades se muestran en la Tabla 1.

Las muestras de álcali celulosa se prepararon partiendo de un gramo de pulpa y 50 ml de solución de NaOH de 12 o 18 %, se maceraron durante 18 horas a tempe-

Tabla 1. Caracterización química de la pulpa para disolver de bagazo

Propiedad	Valor
Pentosanos (%)	6,13
Cenizas (%)	0,14
Grado de Polimerización (cuoxam)	623
Alfa Celulosa (%)	93,5

ratura ambiente, se filtraron, se prensaron a diferentes grados y por último se le de-

terminó a cada una los contenidos de celulosa y NaOH. Con estos datos se calcularon los moles de NaOH por mol de unidad anhidro glucosa (UAG) de cada muestra de la forma siguiente: moles NaOH/UAG = % NaOH/40 : % celulosa/162. Los espectros de RMN sodio 23 en estado sólido fueron obtenidos con un equipo Bruker SXP 4-100 usando la técnica PFT a una frecuencia de resonancia de 23,8076 MHz (pulsos a 90 grados, duración del pulso aproximadamente 6 microsegundos).

Resultados y Discusión

El sodio 23 posee un número de spin de 3/2 lo que hace que el mismo tenga un momento eléctrico cuadrúpolo. Una distribución asimétrica de las cargas en la esfera de coordinación del ión Na⁺ provoca una interacción de los núcleos del mismo con el campo eléctrico gradiente. Esta interacción está caracterizada por la constante de acoplamiento cuadrúpolo χ . El ancho de la señal del sodio 23 a la mitad de la máxima intensidad en sistemas líquidos está determinada por:

$$\Delta\nu_{1/2} = \frac{2\pi}{5} \chi^2 \tau_c$$

Donde τ_c es el tiempo de correlación de la interrelación cuadrúpolo.

La ecuación anterior puede también expresarse mediante el tiempo de correlación spin-spin T_2 de acuerdo a:

$$\Delta\nu_{1/2} = \text{const.} \frac{1}{T_2}$$

Donde T_2 determinado experimentalmente debe ser considerado como un valor promedio si se tiene en cuenta que en el sistema celulosa/NaOH/agua se pueden asumir 2 estados del ión Na⁺: el estado en que el ión sodio está estrechamente asociado a la celulosa y el que se encuentra en la fase del licor y que los iones sodio en el estado de enlace tienen un elevado tiempo de correlación de la interacción cuadrúpolo y una constante de acoplamiento cuadrúpolo diferente si se compara con el estado libre. En este sistema T_2 depende de la concentración del licor de maceración, la temperatura y en gran medida de la relación de prensado.

En la figura 1 puede observarse un aumento del ancho de la señal del sodio 23

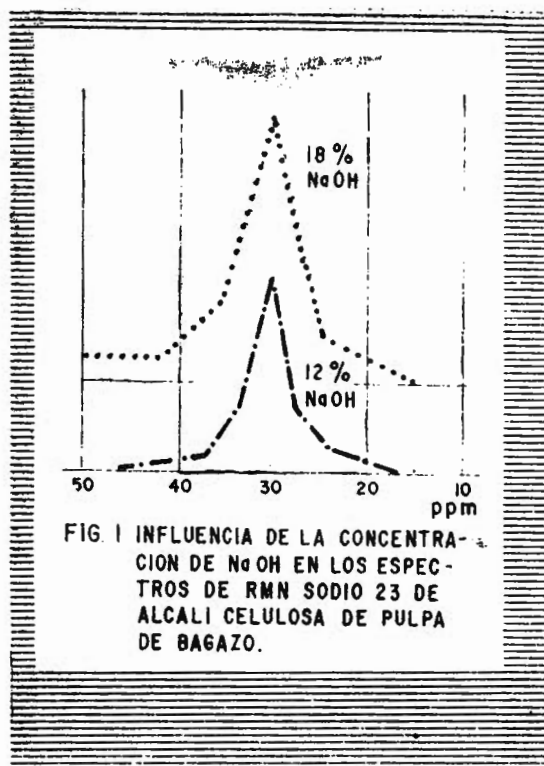


FIG. 1 INFLUENCIA DE LA CONCENTRACION DE NaOH EN LOS ESPECTROS DE RMN SODIO 23 DE ALCALI CELULOSA DE PULPA DE BAGAZO.

al incrementarse la concentración de NaOH de 12 a 18%. Esto coincide con lo reportado en la literatura para linters de algodón 2. Además se plantea que el Na⁺

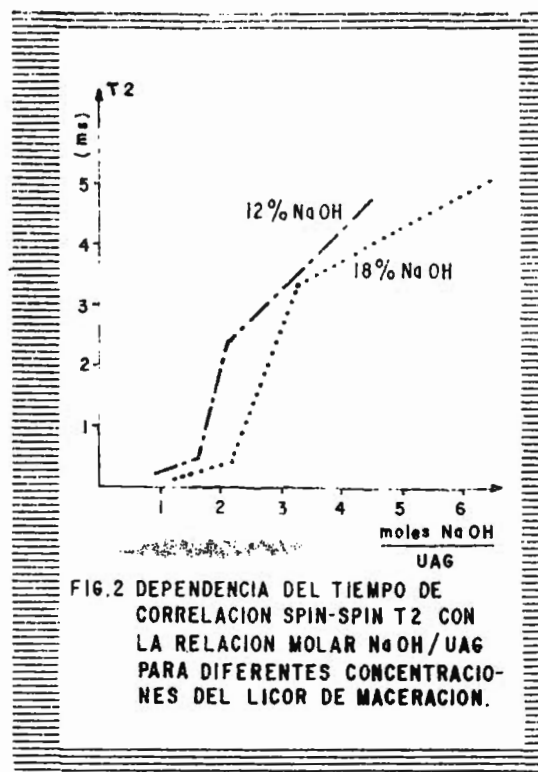


FIG. 2 DEPENDENCIA DEL TIEMPO DE CORRELACION SPIN-SPIN T_2 CON LA RELACION MOLAR NaOH/UAG PARA DIFERENTES CONCENTRACIONES DEL LICOR DE MACERACION.

En el estado enlazado presenta un mayor tiempo de correlación de la interacción cuadrúpolo que en el estado libre y, por lo tanto, el resultado obtenido nos indica que también para la pulpa de bagazo al aumentar la concentración de NaOH se incrementa la cantidad de Na⁺ firmemente enlazada a la celulosa. Las muestras de álcali celulosa utilizadas tenían en ambos casos 1,36 moles NaOH/UAG.

La figura 2 nos muestra que la pulpa de bagazo cualitativamente presenta un comportamiento semejante a lo reportado para linters de algodón 3 al obtenerse curvas características en forma de **S** cuando se aumenta la relación molar NaOH/UAG en dependencia del tiempo de correlación spin-spin T₂.

Se observa que para ambas concentraciones al aumentar la cantidad de NaOH por UAG el valor T₂ va incrementándose y por lo tanto la señal va disminuyendo su ancho, indicando que la cantidad de NaOH libre va en ascenso y determina el espectro. Queremos señalar que la curva de 18 % de NaOH presenta valores de T₂ in-

feriores en todo el intervalo estudiado. Esto implica que independientemente del grado de prensado, la cantidad de Na⁺ firmemente enlazado es mayor al aumentar la concentración de NaOH.

Conclusiones

- Los resultados obtenidos al aplicar RMN de sodio 23 a muestras de álcali celulosa preparadas a partir de pulpa de bagazo nos entregan un comportamiento cualitativo semejante al obtenido por otros autores para linters de algodón. Estos resultados son preliminares y perseguían iniciar la aplicación de este método con la celulosa del bagazo sin pretender realizar una interpretación generalizada cuantitativa.

Bibliografía

1. J. Kunze, et al: *Acta Polymerica*. 32, 1981.
2. J. Kunze, et al.: *Polymer Bulletin*. 5, 1981.
3. B. Philipp, J. Kunze, and A. Brandt: *Journal of Applied Polymer Science. Applied Polymer Symposium*. 37, 1983.
4. P. Lazaro: *Angew. Chem*. 90, 1978.