



دانشگاه گوارش و تغذیه

نشریه پژوهش‌های علوم و فناوری چوب و جنگل

جلد بیست و چهارم، شماره دوم، ۱۳۹۶

<http://jwfst.gau.ac.ir>

بررسی خواص دای الکتریک نانویو کامپوزیت سلولز باکتریایی - رزین ترموست

*سمیه شیخ نظری^۱، تقی طبرسا^۲، مهدی مشکور^۳ و ابوالقاسم خزاعیان^۴

^۱ دانشجوی دکتری، گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان،

استاد، گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان،

استادیار، گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان،

^۴ دانشیار، گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

تاریخ دریافت: ۱۳۹۵/۰۱/۳۰؛ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۶/۰۲/۰۳

چکیده

سابقه و هدف: سلولز فراوان‌ترین پلیمر کره زمین است و از اهمیت صنعتی زیادی برخوردار است. یکی از کاربردهای سلولز خام استفاده به‌عنوان عایق الکتریکی است. مشکل اصلی کاغذ سلولزی برای استفاده در کاربردهای عایقی متخلخل بودن کاغذ و جذب رطوبت آن است؛ بنابراین به‌منظور خارج نمودن رطوبت در حفرات، کاغذ توسط روغن و یا رزین اشباع می‌شود. هدف از انجام این پژوهش استفاده از باکتری به‌منظور تولید سلولز و تهیه کاغذ و کامپوزیت عایقی از سلولز باکتریایی می‌باشد. مقایسه خواص فیزیکی کاغذ و کامپوزیت به‌دست آمده از سلولز باکتریایی با کاغذ و کامپوزیت حاصل از خمیر کرافت سوزنی‌برگ از دیگر اهداف پژوهش حاضر می‌باشد.

مواد و روش‌ها: باکتری *G. Xylinus* در محیط کشت استاتیک هسترین - شرام در دمای ۲۸ درجه سانتی‌گراد به‌مدت ۳۰ روز کشت داده شد. سلولز باکتریایی تولیدشده ضخامت ۱۰ میلی‌متر داشت. فیلم‌های سلولز باکتریایی تولیدشده، شستشو و خالص‌سازی شدند. در مرحله بعد فیلم‌ها به قطعات کوچکی بریده شده و الیاف توسط مخلوط‌کن خانگی و دستگاه کلوخه‌زدای استاندارد خمیر در آزمایشگاه از هم جدا شدند. سوسپانسیون آبی خمیر کرافت آماده شد. درصد‌های متفاوت سلولز باکتریایی (۱۰، ۱۵، ۵ درصد) به سوسپانسیون اضافه شد. از دستگاه کاغذساز آزمایشگاهی به‌منظور تهیه کاغذهای دست‌ساز استفاده شد. کاغذ سلولز باکتریایی خالص توسط روش خلأ تهیه شد. کاغذهای تهیه شده خشک و شرایط‌دهی شدند. کاغذهای خشک‌شده در رزین فنل فرمالدهید غوطه‌ور شده و از هر تیمار ۵ عدد بر روی هم قرار گرفته و پرس شدند. دما و فشار پرس به‌ترتیب ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد و ۱۰۰ مگا پاسکال در نظر گرفته شد.

یافته‌ها: به‌منظور بررسی خواص فیزیکی نمونه‌ها از آزمون‌های *XRD*، *FTIR*، درجه بسپارش و نیز آزمون‌های عایقی شامل اتلاف دای الکتریک، ثابت دای الکتریک، ظرفیت دای الکتریک و ولتاژ شکست دای الکتریک انجام شد. در صد سلولز باکتریایی به‌عنوان متغیر (۱۰، ۱۵، ۱۰ و ۵ درصد) در نظر گرفته شد. نتایج *XRD* نشان داد درصد بلورینگی و

*مسئول مکاتبه: s_sh_nazari@yahoo.com

اندازه بلور سلولز باکتریایی از خمیر کرافت سوزنی‌برگ بیشتر و بزرگ‌تر است. نتایج درجه بسپارش نشان داد درجه بسپارش سلولز باکتریایی از سلولز گیاهی بیشتر است. نتایج طیف‌سنجی FTIR پیوند ایجاد شده بین سلولز و رزین فنل‌فرمالدهید را نشان داد و همچنین بر حضور لیگنین در خمیر کرافت سوزنی‌برگ دلالت داشت. نتایج تست‌های عایقی نشان دادند بیشترین و کمترین فاکتور اتلاف دای‌الکتریک در کاغذها به ترتیب مربوط به کاغذ سوزنی‌برگ و کاغذ سلولز باکتریایی می‌باشد. نتایج نشان داد با افزایش سلولز باکتریایی از ۵ درصد به ۱۵ درصد فاکتور اتلاف دای‌الکتریک افزایش یافت. فاکتور اتلاف دای‌الکتریک در کامپوزیت‌ها روند افزایشی نشان داد. بیشترین و کمترین ظرفیت و ثابت دای‌الکتریک به ترتیب مربوط به کاغذ سوزنی‌برگ و کاغذ سلولز باکتریایی می‌باشد. افزودن سلولز باکتریایی به کاغذهای دست‌ساز خمیر کرافت منجر به افزایش ظرفیت و ثابت دای‌الکتریک شد. کامپوزیت‌های حاصله نیز روند مشابه با آنچه گفته شد نشان دادند. ولتاژ شکست دای‌الکتریک در کاغذها و کامپوزیت‌ها با افزایش سلولز باکتریایی افزایش یافت.

نتیجه‌گیری: نتایج نشان داد بلورینگی، اندازه بلور و درجه بسپارش سلولز باکتریایی از سلولز گیاهی بیشتر بود. همچنین کاغذ دست‌ساز سلولز باکتریایی نسبت به کاغذ گیاهی فاکتور اتلاف، ثابت دای‌الکتریک و ظرفیت دای‌الکتریک کمتری داشت؛ اما ولتاژ شکست بیشتری از خود نشان داد.

واژه‌های کلیدی: سلولز باکتریایی، خمیر کرافت، رزین ترموست، کامپوزیت

مقدمه

کامپوزیت‌ها کاربردهای متنوعی دارند یکی از این زمینه‌های کاربردی، استفاده از کامپوزیت‌ها در تجهیزات الکتریکی می‌باشد. در این کاربردها کامپوزیت‌ها از رزین‌های ترموست به‌عنوان ماده زمینه و از الیاف آلی و یا معدنی به‌عنوان تقویت‌کننده استفاده می‌کنند. جونتارو و همکاران (۲۰۱۲) از سلولز باکتریایی به‌عنوان ماده تقویت‌کننده در ساخت کامپوزیت‌های رزین پلی‌اورتان استفاده نمودند (۱۰). همچنین ناکاگاتو و همکاران (۲۰۰۵) از سلولز باکتریایی و رزین فنل در ساخت کامپوزیت‌های با مقاومت بالا استفاده نمودند (۱۲). تروواتی و همکاران (۲۰۱۰) از سلولز باکتریایی و رزین آکرلیک نانو کامپوزیت‌های جدیدی تهیه کردند (۲۰). عمده‌ترین تقویت‌کننده ارگانیک در این کامپوزیت‌ها، الیاف طبیعی می‌باشد (۵)؛ اما با توجه به محدودیت منبع

اصلی سلولز که همان چوب می‌باشد و حفظ منابع طبیعی، محققان در زمینه تولید سلولز غیرطبیعی و یا جایگزین نمودن آن تلاش‌های بسیاری نموده‌اند. یکی از روش‌های جایگزین برای تولید سلولز، روش باکتریایی یا میکروبی می‌باشد و سلولز حاصل را سلولز باکتریایی می‌نامند (۱۷). سلولز باکتریایی نسبت به سلولز گیاهی از نظر شیمیایی خالص بوده و لیگنین و همی‌سلولز به‌همراه ندارد. این سلولز از درصد بلورینگی بیشتر و نیز اندازه بلور بزرگ‌تری نسبت به سلولز گیاهی برخوردار می‌باشد. درجه بسپارش سلولز باکتریایی نیز نسبت به سلولز گیاهی در غالب موارد بیشتر می‌باشد (۴). خصوصیات سلولز باکتریایی عمدتاً به شرایط کشت بستگی دارد (۱۷) و (۱۸). شیخ نظری و همکاران (۲۰۱۱) در تحقیقی با هدف بررسی اثر نوع قند بر ساختار و بلورینگی سلولز باکتریایی اقدام به کشت باکتری و تولید سلولز نمودند

همچنین بررسی اثر افزودن سلولز باکتریایی به خمیر کرافت و در نهایت خواص دای الکتریک کاغذها و کامپوزیت‌های حاصل، از دیگر اهداف این پژوهش می‌باشد.

مواد و روش‌ها

باکتری گلوکن استوباکترزایلینوس (*Gluconacetobacter xylinus* BPR 2004) از سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران (IROST) و خمیر شیمیایی سوزنی‌برگ از کارخانه چوب و کاغذ مازندران تهیه شد. برای تأمین هدف تکثیر باکتری موردنظر، از محیط کشت جامد شامل گلوکز، عصاره مخمر، کربنات کلسیم، آگار و آب مقطر استفاده شد. به‌منظور رشد باکتری و تولید سلولز از محیط کشت مایع (*Hestrin-Schramm*) HS استفاده گردید (۱۵). محیط مایع شامل گلوکز، عصاره مخمر، کربنات کلسیم و آب مقطر می‌باشد. برای از بین بردن رنگ و نیز باکتری‌ها، چندین مرحله شستشو انجام شد. فیلم‌های سلولزی به‌دست آمده در اتانول نگهداری شدند.

به‌منظور تهیه کاغذهای دست‌ساز، ابتدا خمیر الیاف سوزنی‌برگ توسط دستگاه پالایشگر به مدت ۱۰ دقیقه با سرعت ۱۰۰۰۰ دور در دقیقه پالایش گردید. فیلم سلولز باکتریایی توسط دستگاه مخلوط‌کن خانگی به مدت ۱۵ دقیقه با سرعت ۱۶۰۰۰ دور در دقیقه و ابری شد. الیاف سوزنی‌برگ و سلولز باکتریایی دیسپرس شده جهت تهیه ۲۰ کاغذ با وزن پایه gr/m^2 ۶۰ برای هر تیمار توزین شدند جدول (۱). جهت حصول به یکنواختی بیشتر در سوسپانسیون الیاف سوزنی‌برگ - سلولز باکتریایی از دستگاه کلوخه‌زدا (۳) دقیقه، ۱۰۰۰۰ دور استفاده شد.

(۱۸). باستا و ال-ساعد (۲۰۰۹) از سلولز باکتریایی برای تقویت کاغذ استفاده نمودند (۳). سلولز از دیرباز به‌عنوان یک محصول عایقی در تجهیزات الکتریکی و الکترونیکی استفاده می‌شده است (۱۳). سلولز به‌طور استثنایی دارای ثابت دای الکتریک بالایی است. با این وجود، ثابت دای الکتریک کاغذ بسیار پایین است، این امر به‌علت درصد زیاد حفره‌های هوا و منافذ درون کاغذ است. چنانچه میزان حفرات در کاغذ زیاد باشد حضور رطوبت و بخارات در منافذ باعث می‌شود خواص عایقی متأثر شوند. به همین دلیل کاغذها توسط روغن و یا رزین‌ها اشباع می‌شوند (۵). نیازمندی‌های اصلی کاغذ و کامپوزیت‌ها در تجهیزات الکتریکی فاکتور اتلاف پایین، ولتاژ شکست بالا و ثابت دای الکتریک بالا می‌باشد (۵) و (۱۰). این ویژگی‌ها به میزان زیادی از خواص ساختاری و شیمیایی کاغذ مانند درجه بلورینگی، ترکیب شیمیایی، مواد استخراجی و درجه بسپارش، متأثر می‌شوند (۵). براس و همکاران (۲۰۱۵) خواص دای الکتریک نانو فیبر سلولز و نانو سلولز جلبک را به‌منظور استفاده در کاربردهای عایقی با یکدیگر مقایسه نمودند. آن‌ها با استفاده از روش تفرق اشعه ایکس نشان دادند درجه بلورینگی نانو سلولز جلبک از نانو سلولز چوب بیشتر می‌باشد. نتایج پژوهش آن‌ها حاکی از آن است که میزان تخلخل کاغذ ساخته شده از نانو سلولز جلبک نسبت به نانو سلولز چوب بیشتر می‌باشد. آن‌ها بیان نمودند با افزایش تخلخل میزان رطوبت موجود در حفرات بیشتر شده، در نتیجه فاکتور اتلاف دای الکتریک افزایش می‌یابد (۵).

این تحقیق با هدف بررسی خواص دای الکتریک کاغذ و کامپوزیت ساخته شده از سلولز باکتریایی با کاغذ و کامپوزیت حاصل از خمیر کرافت انجام شد.

جدول ۱- ترکیب کاغذهای دست‌ساز.

Table 1. Composition of hand sheets.

سلولز باکتریایی (درصد)	الیاف چوب (درصد)	کد تیمار
Bacterial cellulose	Plant fibers	Treatment code
0	100	PC
5	95	PC-BC 5
10	90	PC-BC 10
15	85	PC-BC 15
100	0	BC

PC: الیاف گیاهی، BC: سلولز باکتریایی

$$10 \times CrI = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} \quad \text{معادله (۱)}$$

$$CS = \frac{0.9 \lambda}{H \cos \theta} \quad \text{معادله (۲)}$$

طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون‌قرمز: این آزمون توسط دستگاه طیف‌سنجی مدل *Spectrum RXI*، *Perkin-Elmer* انجام شد. نمونه‌های پودری به همراه ماده مرجع *KBR* به صورت قرصی ساخته شدند و تحت تابش نور قرار گرفتند. برای هر نمونه طیف عبور نوری و یا جذب در ناحیه 4000 cm^{-1} - 400 آندازه‌گیری شد. این آزمون در مرکز خدمات آزمایشگاهی دانشگاه صنعتی شریف انجام شد.

آزمون‌های دای الکتریک

تانژانت تلفات: نسبت جریان اهمی (*IR*) به جریان خازنی (*IC*) در یک خازن را برای ولتاژ متناوب ضریب تلفات دای الکتریک گویند و با $Tan \delta$ نمایش می‌دهند. تانژانت تلفات توسط دستگاه *SOKEN* در دمای 20°C و ولتاژ 370 ولت مطابق با استاندارد *ASTM D 150* اندازه‌گیری شد.

ثابت دای الکتریک: نسبت ظرفیت الکتریکی یک خازن پر شده با عایق (*C*) به ظرفیت خلاً (*C*) مقیاسی از فطش‌پذیری (*Polarizability*) عایق است و معمولاً ثابت دای الکتریک (*K*) یا گذردهی نسبی (ϵ_0) (*Permittivity*) نامیده می‌شود.

از دستگاه کاغذساز آزمایشگاهی (هندشیت میکرو) برای تهیه کاغذ دست‌ساز استفاده گردید. به منظور تهیه کاغذهای سلولز باکتریایی خالص از روش خلأ استفاده شد. کاغذهای دست‌ساز در دما و رطوبت ثابت به مدت ۲۴ ساعت شرایط‌دهی شد. کاغذهای خشک‌شده در رزین فنل‌فرمالدهید غوطه‌ور شده و از هر تیمار ۵ عدد کاغذ آغشته به رزین بر روی هم قرار گرفته و پرس شدند. دما و فشار پرس به ترتیب 150 درجه سانتی‌گراد و 100 مگا پاسکال در نظر گرفته شد. سپس نمونه‌ها شرایط دهی شدند (۱۲).

اندازه‌گیری خواص

آزمون تعیین درجه بسپارش: به منظور تعیین درجه بسپارش سلولز باکتریایی و سلولز خمیر چوب از استاندارد *ASTM 1795* استفاده شد. این آزمون در کارخانه لیتترپاک به شهر انجام شد.

آزمون تفرق اشعه ایکس: به منظور تعیین درصد بلورینگی و نیز اندازه بلور سلولز باکتریایی و سلولز گیاهی، از آزمون تفرق اشعه ایکس استفاده شده است. در این آزمون از دستگاه *XRD* مدل (*X'pert Pro*)، *MPD, P Analytical, 2009, Netherland*، استفاده شد. $(40 \text{ kv}, 40 \text{ mA}, 2^\circ/\text{min}, 5-80^\circ 2\theta)$ آزمون مذکور در مرکز خدمات آزمایشگاهی دانشگاه صنعتی شریف به انجام رسید. درصد بلورینگی و اندازه بلور از معادله (۱) و (۲) محاسبه می‌شود.

زنجر سلولز بلندتر باشد، سطح ایجاد پیوند هیدروژنی بالاتر می‌رود و اتصال بین الیاف نیز به دلیل افزایش تعداد پیوند هیدروژنی بیشتر می‌شود.

آزمون تفرق اشعه ایکس: میزان بلورینگی سلولز باکتریایی ۸۳ درصد و میزان بلورینگی خمیر کرافت سوزنی‌برگ ۵۴ درصد محاسبه شد شکل (۱)، جدول (۲). موهیت و همکاران (۲۰۱۴) میزان بلورینگی سلولز باکتریایی را ۸۱ درصد برآورد نمودند (۱۱). نتایج نشان داد اندازه بلور سلولز باکتریایی از اندازه بلور خمیر گیاهی بزرگتر است. آزمون تفرق اشعه ایکس نشان داد، عامل تمایز Z برای سلولز باکتریایی مثبت و برای سلولز گیاهی منفی است و این نشان می‌دهد که در سلولز باکتریایی فرم غالب سلولز Ia و در سلولز گیاهی Iβ است. وادا و اوکانو (۲۰۰۱) نیز به نتایج مشابهی دست یافتند (۲۳).

ظرفیت دای الکتریک: ظرفیت دای الکتریک توسط دستگاه SOKEN در دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد و ولتاژ ۳۷۰ ولت مطابق با استاندارد ASTM D 150 اندازه‌گیری شد.

ولتاژ شکست دای الکتریک: آزمون ولتاژ شکست دای الکتریک به کمک یک الکتروود کروی به قطر ۱ سانتی‌متر و یک الکتروود استوانه‌ای به قطر ۵ سانتی‌متر اندازه‌گیری شد. الکتروودهای به کار رفته در آزمایش مطابق استاندارد ASTM D149 می‌توانند به شکل‌های مختلف باشند. کلیه آزمون‌های دای الکتریک در دانشکده برق دانشگاه تهران انجام شد.

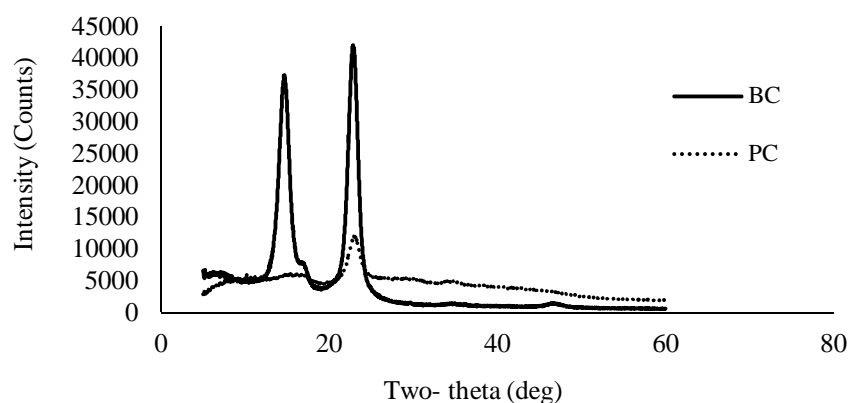
نتایج و بحث

درجه بسپارش: درجه بسپارش سلولز باکتریایی ۳۲۳۱ و سلولز گیاهی ۲۰۳۲ می‌باشد. هرچه طول

جدول ۲- نتایج تفرق پرتو ایکس.

Table 2. Results of XRD.

Z	D2 (A°)	D1 (A°)	سایز کریستال (nm) Crystal size	بلورینگی (درصد) Crystallinity	تیمار Treatment
Z > 0	5.26	6.06	5.83	83	BC
Z < 0	5.31	5.88	4.75	54	PC



شکل ۱- نمودار تفرق اشعه ایکس از نمونه‌های الیاف گیاهی و سلولز باکتریایی.

Fig 1. XRD graph of plant fibers and bacterial cellulose.

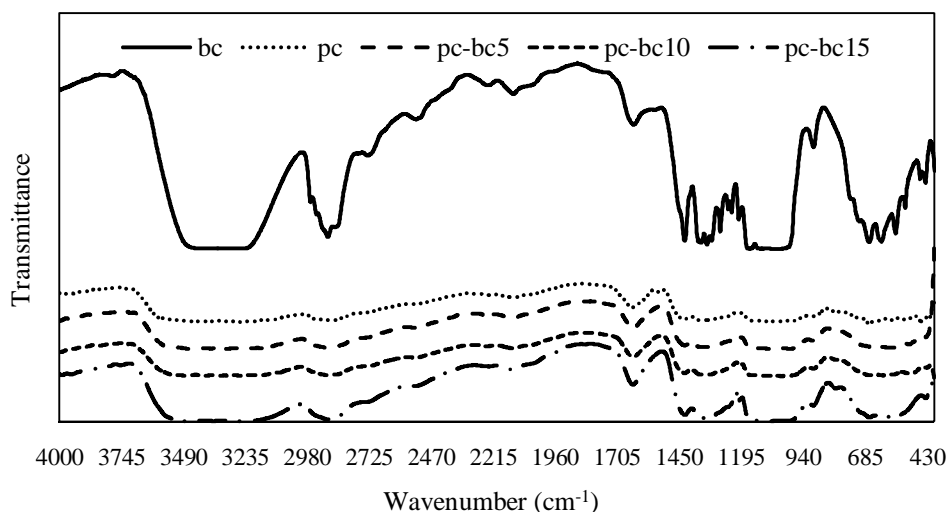
گروه عاملی CH و CH_2 می‌باشد. قلال مشاهده شده در نواحی 1161 cm^{-1} ، 669 و 620 به ترتیب مربوط به ارتعاش کششی پیوندهای اتري ($C-O-C$) و ارتعاش خمشی خارج از صفحه گروه هیدروکسیل است عشوری و همکاران (۲۰۱۲) و موهیت و همکاران (۲۰۱۴) و سانتوز و همکاران (۲۰۱۶) و ال-اسلام و همکاران (۲۰۱۲) به نتایج مشابه دست یافتند (۲) و (۱۱) و (۱۶) و (۲۱).

طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه نانو سلولز باکتریایی: بررسی طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه ($FT-IR$) نانو سلولز باکتریایی (BC) در جدول (۳) طبق شکل (۲) آورده شده است. جذب در ناحیه $3000-4000\text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاش کشش گروه عاملی هیدروکسیل و جذب در ناحیه $2850-2900\text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاش کششی پیوند $C-H$ می‌باشد. قله مشاهده شده در فرکانس 1652 cm^{-1} و 1365 cm^{-1} به ترتیب نشان‌دهنده: ارتعاشات خمشی متقارن

جدول ۳- نتایج طیف‌های $FT-IR$ کاغذهای دست‌ساز.

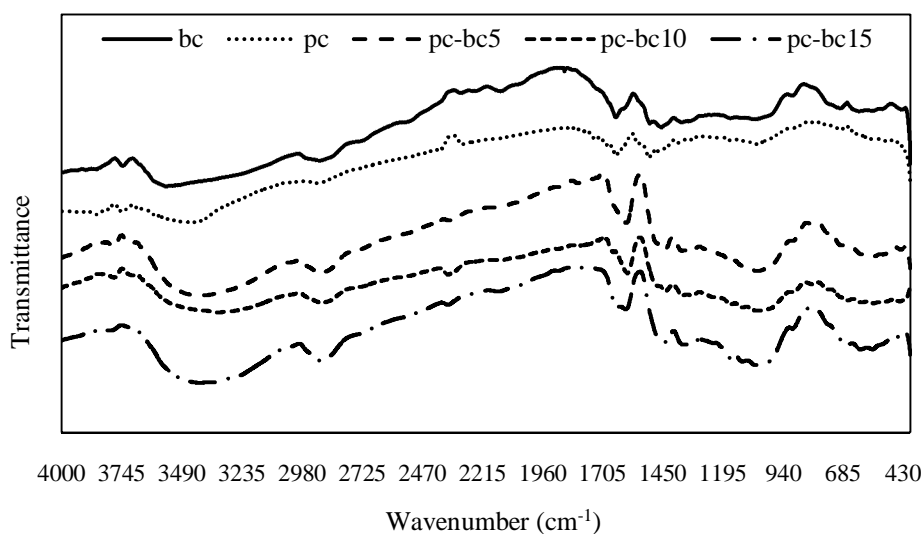
Table 3. FT-IR spectra results of hand sheets.

بلورینگی (درصد) Crystallinity	طول پیوند (A°) Bond length	انرژی پیوند (Kj) Bonding energy	تیمار Treatment
4.26	2.768	22.942	BC
0.45	2.779	19.345	PC
0.41	2.774	20.852	PC-BC5
0.40	2.773	21.359	PC-BC10
0.38	2.773	21.359	PC-BC15



شکل ۲- طیف‌سنجی تبدیل فوریه فیلم سلولز باکتریایی و کاغذهای دست‌ساز.

Figure 3. FTIR spectra of bacterial cellulose and hand sheets.



شکل ۳- طیف‌سنجی تبدیل فوریه کامپوزیت‌های تهیه شده از کاغذهای دست‌ساز- رزین فنل فرمالدهید.
Figure 3. FTIR spectra of composites produced from hand sheets- phenol formaldehyde.

گروه‌ها نشان‌دهنده حضور لیگنین در خمیر می‌باشد. ارتعاشات کششی قوی C-O در ناحیه 1000 cm^{-1} - 1260 تأییدکننده وجود یک ترکیب فنلی در نمونه می‌باشد. جذب در ناحیه 1000 cm^{-1} - 1715 مربوط به انتقال C=O مولکول است پلتو و همکاران (۲۰۱۲) نیز همین نتایج را گزارش کرده‌اند (۱۴).

خواص دای‌الکتریک

فاکتور اتلاف: فاکتور اتلاف گویای این است که وقتی یک ماده یا دای‌الکتریک در معرض یک میدان الکتریکی قرار می‌گیرد چه مقدار انرژی به صورت گرما از این ماده هدر می‌رود. اگر ماده‌ای فاکتور اتلاف پایینی داشته باشد به این معناست که آن ماده در قطبش‌پذیری ناتوان است (۱۱). در کاغذ و الیاف سلولزی اتلاف را می‌توان به چندین عامل نسبت داد که عبارت‌اند از: میزان لیگنین باقیمانده، حضور همی سلولز و اثر گروه‌های کربوکسیل (۵). همان‌طور که در شکل (۴) دیده می‌شود، کاغذ سلولز باکتریایی، فاکتور اتلاف کمتری نسبت به سایر کاغذهای دست‌ساز دارد. دلیل این امر به بلورینگی زیاد سلولز باکتریایی

طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه خمیر کرافت سوزنی‌برگ: خمیر کرافت سفید شده سوزنی‌برگ متشکل از سلولز، مقداری هر چند کم، همی‌سلولز و مقداری لیگنین باقیمانده در خمیر می‌باشد. شایان ذکر است که در پلیمر لیگنین گروه‌های متوکسیل و هیدروکسیل و مقداری گروه‌های پایانه‌ای آلدهیدی در زنجیر فنیل پروپانی وجود دارند. مقدار اندکی از گروه‌های هیدروکسیل فنلی، آزاد هستند و بیشتر آن‌ها با واحدهای فنیل پروپان مجاور پیوند دارند. گروه‌های هیدروکسیل الکلی و گروه‌های کربونیل نیز وجود دارند. جذب قوی در حدود ناحیه 3400 cm^{-1} مربوط به کششی OH می‌باشد. در واقع جذب در بین نواحی 3230 cm^{-1} - 3455 cm^{-1} مربوط به پیوندهای هیدروژنی درون و بین مولکولی می‌باشد آلبو و همکاران (۲۰۱۴) و کاکار و همکاران (۲۰۱۴) و پلتو و همکاران (۲۰۱۲) نیز به نتایج مشابه دست یافتند (۱) و (۶) و (۱۴). جذب در نواحی 2920 cm^{-1} و 2850 cm^{-1} حضور گروه‌های کششی متیلن متقارن و نامتقارن در سلولز را نشان می‌دهد. ظهور قله در ناحیه 1030 cm^{-1} مربوط به گروه‌های متوکسیل ($COCH_3$) می‌باشد. این

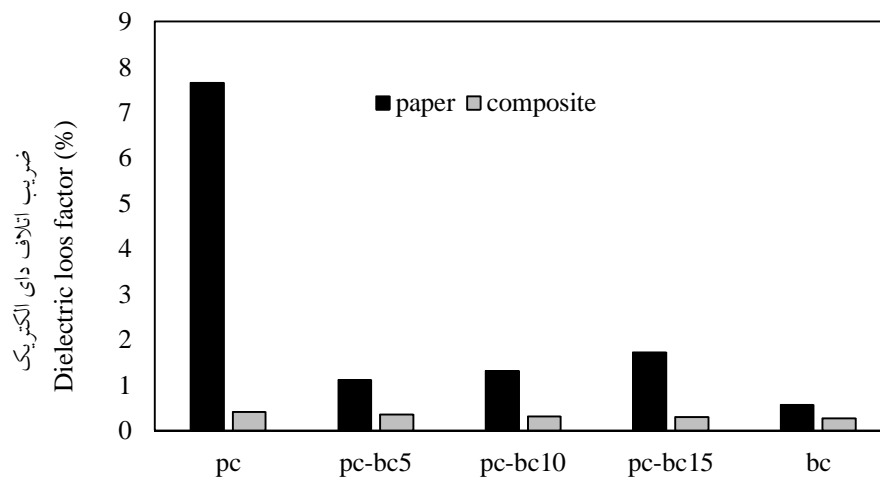
قطبش‌پذیر می‌کاهد. با افزایش میزان سلولز باکتریایی کامپوزیت‌ها، ظرفیت دای‌الکتریک آن‌ها کاهش می‌یابد. به‌نظر می‌رسد با افزایش سلولز باکتریایی میزان تخلخل کاغذها کم شده و رزین فنل به خوبی به داخل کاغذ نفوذ نکرده و بر سطح کاغذ قرار می‌گیرد و ایجاد شبکه عرضی بر روی کاغذ می‌کند و میزان پیوندهای قطبش‌پذیر در دسترس کاهش می‌یابد.

ثابت دای‌الکتریک: از توجه به شکل (۶) مشخص می‌شود، بیشترین ثابت دای‌الکتریک کاغذهای دست‌ساز مربوط به کاغذ گیاهی است و کمترین میزان ثابت دای‌الکتریک کاغذها مربوط به سلولز باکتریایی است. در کاغذهای ترکیبی با افزایش سلولز باکتریایی به دلیل کاهش بلورینگی (جدول ۳) ثابت دای‌الکتریک افزایش یافت. همچنین شکل (۶) نشان می‌دهد به‌طور کلی ثابت دای‌الکتریک کامپوزیت‌ها کمتر از کاغذها است. با افزایش میزان سلولز باکتریایی کامپوزیت‌ها، ثابت دای‌الکتریک آن‌ها کاهش می‌یابد.

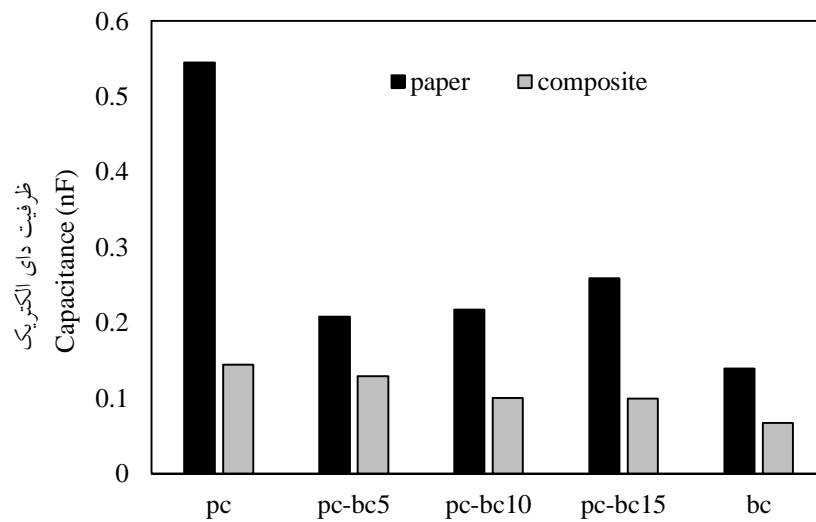
ولتاژ شکست دای‌الکتریک: روند تغییرات ولتاژ شکست در شکل (۷) برای کاغذها و کامپوزیت‌ها آمده است. همان‌طور که از شکل برمی‌آید ولتاژ شکست در کاغذها و کامپوزیت‌ها روند افزایشی داشته است. با افزایش میزان سلولز باکتریایی به دلیل افزایش درصد پیوندهای هیدروژنی، تحمل ولتاژ شکست نمونه‌ها افزایش می‌یابد. کاهش تخلخل نیز از دیگر عوامل است که می‌تواند استحکام نمونه‌ها را در برابر ولتاژ تأیید نماید. ولتاژ شکست کامپوزیت‌ها از ولتاژ شکست کاغذهای دست‌ساز بالاتر می‌باشد و این به دلیل حضور رزین فنل و افزایش پیوند هیدروژنی بین رزین و فیبرها می‌باشد.

برمی‌گردد. نظم زیاد در ساختار سلولز باکتریایی سبب می‌شود میدان الکتریکی اعمال شده نتواند گروه‌های هیدروکسیل را به حرکت درآورد. در نتیجه قطبش‌پذیری کاهش یافته و انرژی به شکل گرما کمتر هدر می‌رود. بیشترین اتلاف دای‌الکتریک مربوط به کاغذ گیاهی است؛ زیرا گروه‌های دوقطبی در کاغذ گیاهی به دلیل بلورینگی کمتر (جدول ۲) و مناطق آمورف بیشتر و نیز وجود ترکیباتی چون لیگنین و همی‌سلولز (شکل ۲)، زیاد است. در کاغذهای ترکیبی *bc-5* و *bc-10* و *bc-15* با افزایش میزان سلولز باکتریایی، فاکتور اتلاف افزایش نشان داد زیرا میزان بلورینگی کم شد (جدول ۳). شکل (۴) نشان می‌دهد کامپوزیت حاصل از کاغذ گیاهی دارای بیشترین اتلاف دای‌الکتریک است و کامپوزیت حاصل از کاغذ سلولز باکتریایی دارای کمترین میزان اتلاف دای‌الکتریک است. همچنین با افزایش میزان سلولز باکتریایی در کاغذهای ترکیبی، اتلاف دای‌الکتریک کاهش یافت.

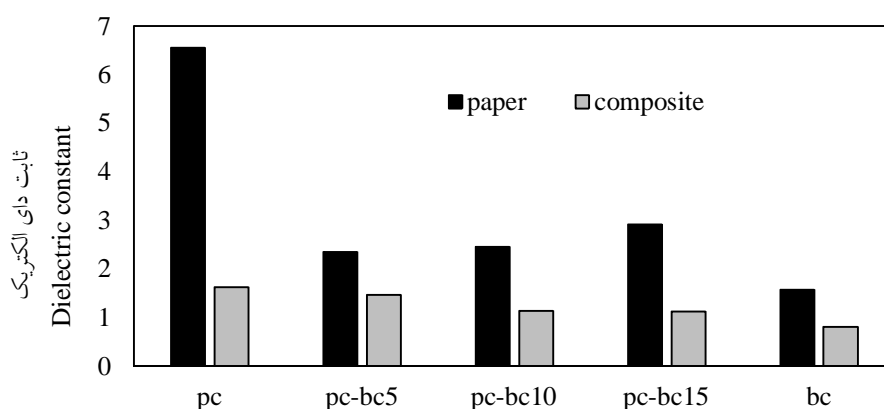
ظرفیت دای‌الکتریک: از توجه به شکل (۵) مشخص می‌شود، بیشترین ظرفیت دای‌الکتریک کاغذهای دست‌ساز مربوط به کاغذ گیاهی است و این امر به ترکیب شیمیایی آن مربوط می‌شود که دارای لیگنین می‌باشد و لیگنین دارای گروه‌های دوقطبی بوده که سبب افزایش قطبش‌پذیری شده و ظرفیت دای‌الکتریک را بالا می‌برد. کمترین میزان ظرفیت دای‌الکتریک کاغذها مربوط به سلولز باکتریایی است. در کاغذهای ترکیبی با افزایش سلولز باکتریایی به دلیل کاهش بلورینگی (جدول ۳) ظرفیت دای‌الکتریک افزایش یافت. شکل (۶) نشان می‌دهد به‌طور کلی ظرفیت دای‌الکتریک کامپوزیت‌ها کمتر از کاغذها است. علت این امر وجود رزین فنل است که به دلیل ایجاد شبکه پیوند عرضی از میزان پیوندهای



شکل ۴- فاکتور اتلاف دای الکتریک کاغذهای دست ساز و کامپوزیت ها.
Figure 4. Dielectric loss factor of hand sheets and composites.

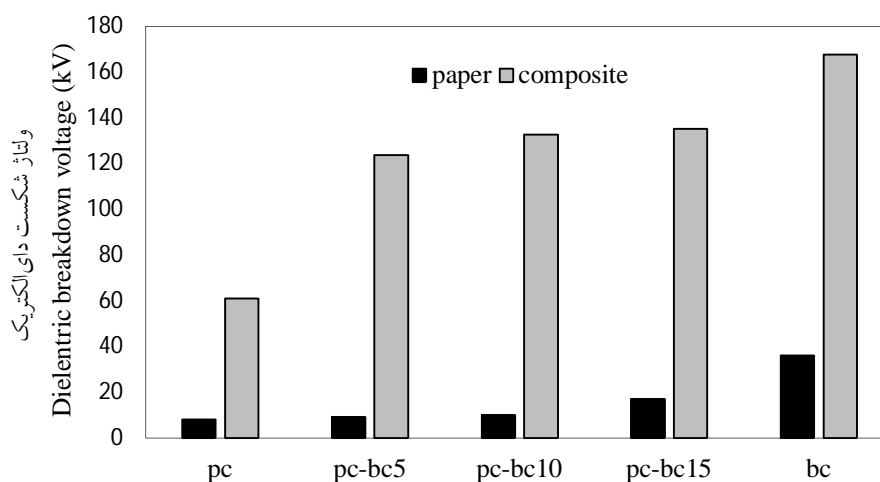


شکل ۵- ظرفیت دای الکتریک کاغذهای دست ساز و کامپوزیت ها.
Figure 5. Dielectric capacitance of hand sheets and composites.



شکل ۶- ثابت دای الکتریک کاغذهای دست‌ساز و کامپوزیت‌ها.

Figure 6. Dielectric constant of hand sheets and composites.



شکل ۷- ولتاژ شکست دای الکتریک کاغذها و کامپوزیت‌ها.

Figure 7. Dielectric breakdown voltage of hand sheets and composites.

کاغذ حاصل از سلولز باکتریایی در برابر عبور هوا مقاومت می‌کند. نتایج طیف‌سنجی برهمکنش مناسب بین سلولز و رزین ترموست را تأیید می‌کند. نتایج به‌دست آمده از آزمون‌های عایقی نشان دادند با افزایش سلولز باکتریایی ثابت و ظرفیت دای الکتریک کاهش می‌یابد و نیز اتلاف دای الکتریک در کاغذ حاصل از سلولز باکتریایی کاهش یافت. ولتاژ شکست نمونه‌ها با افزایش درصد سلولز باکتریایی افزایش یافت.

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر خواص دای الکتریک کاغذ حاصل از نانو سلولز باکتریایی و کاغذ کرافت و نیز ترکیب این دو ماده بررسی شد. در ادامه به‌منظور بر غلبه بر بعضی از مشکلات مربوط به کاغذ، کاغذهای حاصل توسط رزین فنل‌فرمالدهید اشباع شدند. نتایج پراش اشعه ایکس برتر بودن بلورینگی و نیز اندازه بزرگ‌تر بلور سلولز باکتریایی نسبت به سلولز گیاهی را تأیید نمود. درجه سپارش سلولز باکتریایی نسبت به سلولز گیاهی بیشتر بود. آزمون عبور هوا نشان داد

منابع

1. Albu, M.G., Vuluga, Z., Panaitescu, D.M., Vuluga, D.M., Cășărică, A., and Ghiurea, M. 2014. Morphology and thermal stability of bacterial cellulose/ collagen composites. *Central European Journal of Chemistry* 12(9): 968–975. *Cent. Eur. J. Chem.*
2. Ashori, A., Sheykhnazari, S., Tabarsa, T., Shakeri, A., and Golalipour, M. 2012. Bacterial cellulose/ silica nanocomposites: Preparation and characterization. *Carbohydrate Polymers* 90(1): 413–418.
3. Basta, A.H., and El-Saied, H. 2009. Performance of improved bacterial cellulose application in the production of functional paper. *Applied Microbiology*, 107(6): 2098–2107.
4. Bielecki, S., Krystynowicz, A., Czaja, W., and Brown, M. 2006. Microbial cellulose-the natural power to heal wounds. *J. Biomaterials*. 27(2): 145-151.
5. Bras, D., Stromme, M., and Mihranyan, A. 2015. Characterization of dielectric properties of nanocellulose from wood and algae for electrical insulator applications. *Phys. chem. B*. 119: 5911-917.
6. Cakar, F., Kati, A., Ozer, I., Dilan Demir Bag, D., Sahin, F., and Aytekin, A.O. 2014. Newly developed medium and strategy for bacterial cellulose production. *Bio Chemical Engineering Journal*. 92: 35-40.
7. Fang, L., and Catchmark, J.M. 2014. Characterization of water-soluble exopolysaccharides from *Gluconacetobacter xylinus* and their impacts on bacterial cellulose crystallization and ribbon assembly. *Cellulose*. 21: 3965–3978.
8. Gabr, M.H., Elrahman, M.A., Okubo, K., and Fujii, T. 2010. A study on mechanical properties of bacterial cellulose/epoxy reinforced by plain woven carbon fiber modified with liquid rubber. *Composites part A*. 41: 1263-1271.
9. Jeon, S., Yoo, Y.M., Park, J.W., Kim, H.J., and Hyun, J. 2014. Electrical conductivity and optical transparency of bacterial cellulose based composite by static and agitated methods. *Current Applied Physics*. 14: 1621–1624.
10. Juntaro, J., Ummartyotin, S., Sain, M., and Manuspiya, H. 2012. Bacterial cellulose reinforced polyurethane-based resin nano composites: A study of how ethanol and processing pressure affect physical, mechanical and dielectric properties. *Carbohydrate polymers*. 87: 2464-2469.
11. Mohite, B.V., and Patil, S.V. 2014. Physical, structural, mechanical and thermal characterization of bacterial cellulose by *G. hansenii* NCIM 2529. *Carbohydrate Polymers*. 106: 132–141.
12. Nakagaito, A.N., Iwamoto, S., and Yano, H. 2005. Bacterial cellulose: The ultimate nano – scalar cellulose morphology for the production of high-strength composites. *Materials science and processing*. 80: 93-97.
13. Nogi, M., and Yano, H. 2008. Transparent nano composites based on cellulose produced by bacteria offer potential Innovation in the electronics device industry. *Advanced material*. 20: 1849-1852.
14. Poletto, M.P., Zattera, A.J., and Santana, R.M.C. 2012. Structural differences between wood species: Evidence from chemical composition, FTIR spectroscopy, and thermogravimetric analysis. *Appl. Polym. Sci.*, 126: E336–E343.
15. Rezaee, A., Solimani, S., and Forozandemogadam, M. 2005. Role of plasmid in production of *Acetobacter xylinum* biofilms. *Biochemistry and Biotechnology*. 1(3): 121-125.
16. Santos, S.M., Carbajo, J.M., Gómez, N., Quintana, E., Ladero, M., Sánchez, A., Chingacarrasco, G., and Villar, J.C. 2016. Use of bacterial cellulose in degraded paper restoration. Part II: application on real sample. *Materials Science*, 51: 1553–1561.
17. Sheykhnazari, S., Tabarsa, T., Ashori, A., and Ghanbari, A. 2016. Bacterial cellulose composites loaded with SiO₂ nanoparticles: Dynamic-mechanical and thermal properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93: 672–677.

18. Sheykhnazari, S., Tabarsa, T., Ashori, A.R., Shakeri, A.R., and Gosalipour, M. 2011. Bacterial synthesized cellulose nanofibers; Effects of growth times and culture medium on the structural characteristics. *Carbohydrate polymers*. 86: 1187-1191.
19. Thygesen, A., Oddershede, J., Lilholt, H., Thomsen, A.B., and Stahl, K. 2005. On the determination of crystallinity and cellulose content in plant fibres. *Cellulose*. 12: 563-576.
20. Trovatti, E., Oliveira, L., Freire, C.S.R., Silvestre, A.J.D., and Pascoal Neto, C. 2010. Novel bacterial cellulose-acrylic resin nanocomposites. *Composites Science and Technology*. 70: 1148-1153.
21. Ul-Islam, M., Khan, T., and Park, J.K. 2012. Nanoreinforced bacterial cellulose-montmorillonite composites for biomedical applications. *Carbohydrate polymers*. 89: 1189-1197.
22. Ummartyotin, S., Juntaro, J., Sain, M., and Manuspiya, H. 2012. Development of transparent bacterial cellulose nano composites films as substrate for flexible organic light emitting diode (OLED) display. *Industrial crops and products*. 35: 92-97.
23. Wada, M., Okano, T. 2001. Localization of I α and I β phases in algal cellulose revealed by acid treatments. *Cellulose* 8: 183-188.

Gorgan University of Agricultural
Sciences and Natural Resources

J. of Wood & Forest Science and Technology, Vol. 24 (2), 2017
<http://jwfst.gau.ac.ir>

Investigation of dielectric properties of bacterial cellulose-thermoset resin nanobiocomposite

*S. Sheykhnazari¹, T. Tabarsa², M. Mashkor³ and A.Gh. Khazaeian⁴

¹Ph.D. Student, Dept., of Wood Engineering and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran, ²Professor, Dept., of Wood Engineering and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran, ³Assistant Prof., Dept., of Wood Engineering and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran, ⁴Associate Prof., Dept., of Wood Engineering and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran

Received: 04/18/2016; Accepted: 04/23/2017

Abstract

Background and objective: Cellulose is the most abundant polymer on earth and has enormous industrial importance. One of the common applications for native cellulose is using as an electrical insulator. The main hurdle of cellulose as application in electrical insulators is porosity and hygroscopicity of paper. Thus to remove humidity from pores, paper is impregnated by oil or resins. The aim of this research is using of bacteria to produce cellulose and preparation insulator composite and paper from bacterial cellulose. The other purpose is comparison physical properties them with composite and paper produced from kraft pulp.

Material and Methods: The organism used was *Gluconacetobacter xylinus* (BPR 2004) which was purchased from IROST, Iran. Kraft pulp was prepared from a factory of Mazandaran wood and paper. *G. xylinus* was incubated in a static Hestrin-Schramm culture at 28°C For 30 days. The obtained BC pellicles had 10mm thick. Then, BC pellicles purified and washed by deionized water. The pellicles were cut into small pieces and disintegrated by blender and standard pulp-disintegrator in lab. Aqueous suspension of kraft pulp was prepared. The content of bacterial cellulose that was added to suspension, was as follows: %5, 10 % and 15%. To prepare hand sheets of kraft pulp and kraft pulp- BC was used from the hand sheet maker. BC sheets were prepared from disintegrated BC by vacuum method. The handsheets were dried in the oven then conditioned. Basis weight of hand sheets was considered 60g/m². Dried handsheets were immersed in phenolic resin (PF). To obtain composites, 5 immersed handsheets from every treatment layup and hot pressed at 150 °c and 100Mpa for 10min. Then obtained samples were conditioned.

Findings: To investigate of physical properties of samples was used from DP, XRD, FTIR, FE-SEM tests and also insulation tests composed of Loss tangent, capacitance, dielectric constant and break down voltage was used. The result showed the degree of polymerization (DP) bacterial cellulose was upper than kraft pulp. The result of X-ray diffraction indicated, crystallinity and crystalline size of bacterial cellulose was upper that kraft pulp. Air penetration test in hand sheets demonstrates thatwith increasing bacterial cellulose decrease porosity and the air couldn't penetrate in handsheet. Kraft paper showed most air penetration and also most porosity. FE-SEM images showed morphology and structure of samples. Findings of FTIR demonstrate the interaction between reinforcement and matrix in composites. Dielectric properties were measured as loss tangent, capacitance, dielectric constant and breakdown voltage. The results showed BC and kraft paper had minimum and maximum loss tangent in order and this is conversely in its composite. With increasing of bacterial cellulose from 5-15%,

*Corresponding author: s_sh_nazari@yahoo.com

loss tangent increased in hand sheets and its composites. Capacitance and dielectric constant showed the similar trend to loss tangent. The breakdown voltage of hand sheets and composites increased with enhancement of bacterial cellulose.

Conclusion: The results showed; crystallinity, crystal size and degree of polymerization of bacterial cellulose were upper than kraft pulp. Furthermore, hand sheets of bacterial cellulose had lower dielectric loss factor, dielectric constant, Capacitance. However, dielectric breakdown voltage of bacterial cellulose handsheets was upper.

Keywords: Bacterial Cellulose, Kraft Pulp, Thermoset Resin, Composite