

## Investigating Some Characteristics of Biocomposites Prepared from Chemically Purified Date Palm Fibers

H. Ghafarzade Zare<sup>1</sup>, A. Ghazanfari Moghaddam<sup>\*2</sup>, H. Hashemipour Rafsanjani<sup>3</sup>

1. Department of Agricultural Machinery Mechanics, College of Agriculture

2. Institute of Horticulture, 3. Department of Chemical Engineering, College of Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman, P.O. Box 76169-133, Kerman, Iran

Received 4 July 2010, accepted 19 February 2011

### ABSTRACT

During the past two decades the use of lignocellulose fibers in reinforcing composites has attracted much research activities. In the present work, date palm fiber was used for production of composites compatible with living environment. The fibers were pre-treated chemically to remove impurities. In order to verify and compare the effectiveness of the pretreatment methods, lignin, ash, moisture adsorption, diameter and tensile strength of the raw and treated fibers were considered in all determinations. Some chemical contents of the treated fibers were also estimated by FTIR method. The heating characteristics of the fibers were evaluated using simultaneous thermal analysis (SAT) technique. The treated fibers were mixed with HDPE by mass proportions of 10, 20 and 30% of the fibers in two types of fine and coarse sizes. Composite flower pots were prepared from the formulations by extrusion process. The mechanical properties of the composites including tensile strength, modulus of elasticity, strain, and impact strength were measured by standard ASTM methods. Statistical analysis of the data revealed that the treated fibers had smaller diameters containing lower levels of lignin and ash though having significantly higher tensile strength, heat resistance and moisture adsorption. The results also indicated that by increase in fibre size the tensile strength, modulus of elasticity and moisture adsorption of the composites are increased and their strain and impact resistance are decreased. The composites prepared using fine fibers showed higher tensile strength, modulus of elasticity and impact strength but their moisture adsorption and elongation were significantly lower.

#### Key Words:

composites, date palm fiber, physical properties, mechanical properties, HDPE

(\*)To whom correspondence should be addressed.

E-mail: [aghazanfari@mail.uk.ac.ir](mailto:aghazanfari@mail.uk.ac.ir)

## بررسی برخی مشخصه‌های زیست‌کامپوزیت‌های تهیه شده از الیاف نخل خرماي خالص‌سازی شده به روش شیمیایی

حامد غفارزاده زارع<sup>۱</sup>، احمد غضنفری مقدم<sup>۲\*</sup>، حسن هاشمی پوررفسنجانی<sup>۳</sup>

کرمان، دانشگاه شهید باهنر کرمان، صندوق پستی ۷۶۱۶۹-۱۳۳

۱- دانشکده کشاورزی، گروه مهندسی مکانیک ماشین‌های کشاورزی،

۲- پژوهشکده باغبانی و ۳- دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی شیمی

دریافت: ۸۹/۴/۱۳، پذیرش: ۸۹/۱۷/۳۰

### چکیده

در دو دهه گذشته، استفاده از الیاف لیگنوسلولوزی برای تقویت کامپوزیت‌ها مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته است. در این پژوهش، به منظور استفاده از الیاف خرما در تولید محصولات کامپوزیتی، این الیاف به روش شیمیایی خالص‌سازی شده و برای آگاهی از اثر این فرایند مقدار لیگنین، خاکستر، جذب رطوبت، قطر و استحکام کششی الیاف خام و خالص‌سازی شده، اندازه‌گیری و با یک دیگر مقایسه شدند. هم‌چنین، اثر خالص‌سازی روی ترکیبات شیمیایی الیاف به روش طیف‌سنجی زیر قرمز تبدیل فوریه (FTIR) و خواص گرمایی با روش تجزیه گرمایی هم‌زمان (STA) بررسی شد. الیاف خالص‌سازی شده با نسبت‌های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی در دو اندازه ریز و درشت با پلی‌اتیلن سنگین مخلوط و از آنها گلدان‌های کامپوزیتی به شیوه قالب‌گیری تزریقی تهیه شد. استحکام کششی، مدول کشسانی، کرنش بیشینه، جذب رطوبت و استحکام ضربه‌ای نمونه‌ها اندازه‌گیری و با استفاده از طرح فاکتوریل تجزیه و تحلیل شد. نتایج نشان می‌دهد، الیاف خالص‌سازی شده درصد لیگنین، خاکستر و قطر کمتر و استحکام کششی، مقاومت گرمایی و جذب رطوبت بیشتری نسبت به الیاف خام دارند. هم‌چنین، با افزایش درصد الیاف در کامپوزیت مقدار استحکام کششی، مدول کشسانی و درصد جذب رطوبت کامپوزیت افزایش ولی مقدار کرنش و استحکام ضربه‌ای کاهش می‌یابد. کامپوزیت‌های تهیه شده از الیاف ریز استحکام کششی، مدول کشسانی و استحکام ضربه‌ای بیشتری نسبت به کامپوزیت تهیه شده از الیاف درشت دارند، ولی درصد جذب رطوبت و کرنش بیشینه آنها کمتر است.

### واژه‌های کلیدی

کامپوزیت، الیاف خرما،  
خواص فیزیکی،  
خواص مکانیکی،  
پلی‌اتیلن سنگین

\* مسئول مکاتبات، پیام‌نگار:

aghazanfari@mail.uk.ac.ir





شکل ۱ - عکسی از نمونه‌های گلدان‌های تهیه شده.

براساس استاندارد ASTM D 256 با استفاده از دستگاه آزمون ضربه چارپی بدون شکاف، با استفاده از نمونه‌هایی به طول ۵۰ mm، عرض ۶ mm و ۱ mm انجام شد. برای اندازه‌گیری درصد جذب رطوبت کامپوزیت، نمونه‌هایی با ابعاد ۱۰×۱۰×۱ cm از کامپوزیت‌ها به مدت ۴۸ h در آب گذاشته و مقدار جذب رطوبت آنها اندازه‌گیری شد.

#### تجزیه و تحلیل داده‌ها

تجزیه واریانس داده‌های هرخاصیت اندازه‌گیری شده با استفاده از طرح کامل تصادفی با پنج تکرار به کمک نرم افزار SAS انجام و معنی دار بودن اختلاف بین میانگین‌های هرخاصیت برای الیاف خام و خالص سازی شده در سطح معنی دار ۰/۰۱ بررسی شد.

تجزیه و تحلیل آماری و مقایسه خواص کامپوزیت تهیه شده با استفاده از یک طرح فاکتوریل ۲×۳ در قالب طرح کامل تصادفی و به کمک نرم افزار SAS انجام شد. در این بررسی فاکتور اندازه الیاف در دو سطح ریز و درشت و عامل درصد الیاف در سه سطح ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد در نظر گرفته شد. نام داده شده به هر ترکیب کامپوزیت استفاده شده برای تهیه گلدان‌ها در **جدول ۱** ذکر شده است.

جدول ۱ - درصد و اندازه الیاف هر ترکیب کامپوزیتی برای تهیه گلدان‌ها.

کد	اندازه ذرات الیاف	درصد الیاف
HDPE	-	۰
PE-D10	درشت	۱۰
PE-D20	درشت	۲۰
PE-D30	درشت	۳۰
PE-R10	ریز	۱۰
PE-R20	ریز	۲۰
PE-R30	ریز	۳۰

۶۰ min هم زده شد. سپس، غلظت اسید با آب مقطر به ۴٪ رسانده شد و در دمای ۱۰۵°C به مدت ۱۵۰ min گذاشته و پس از صاف کردن محلول، مواد باقی مانده در گرم خانه خشک شد (TAPPI, T222, OM-83). درصد خاکستر الیاف با استفاده از یک کوره الکتریکی با دمای ۵۵۰°C اندازه‌گیری شد (TAPPI, T21, OM-85). برای تعیین مقدار جذب رطوبت، مقدار ۳۰ گرم از الیاف به مدت ۵ min در آب مقطر گذاشته شد و سپس از آب خارج و سطح آنها به وسیله پارچه‌ای خشک شد. بلافاصله وزن الیاف با دقت ۰/۰۱ g اندازه‌گیری و درصد جذب رطوبت آنها محاسبه شد.

به منظور بررسی اثر خالص سازی شیمیایی روی ترکیبات الیاف از طیف سنج زیرقرمز تبدیل فوریه با دقت اندازه‌گیری ۰/۱ cm<sup>-1</sup> در محدوده طیفی ۳۶۰۰-۷۵۰۰ cm<sup>-1</sup> استفاده شد. طیف سنج زیرقرمز تبدیل فوریه ابزاری قوی و غیرمخرب برای تشخیص و مقایسه ترکیبات شیمیایی مواد است [۱۲، ۱۳].

تعیین خواص گرمایی الیاف طبیعی، به علت امکان تخریب آنها طی فرایند تولید کامپوزیت اهمیت ویژه‌ای دارد [۱۴]. خواص گرمایی الیاف خام و خالص سازی شده با دستگاه تجزیه گرمایی هم‌زمان با سرعت گرمادهی ۱۰°C/min در جو نیتروژن بررسی شد.

برای اندازه‌گیری استحکام کششی، برش‌هایی از الیاف با طول ۱۰ cm تهیه شد و در دستگاه آزمون کشش با سرعت ۵ mm/min قرار گرفت. چون برای تعیین استحکام کششی سطح مقطع الیاف مورد نیاز بود، بدین منظور، الیاف روی کاغذ شطرنجی چسبانده و با استفاده از یک اسکنر تصاویری از آنها با دقت ۸۰۰ DPI تهیه شد. سپس، با استفاده از یک نرم‌افزار پردازش تصویر قطر متوسط الیاف اندازه‌گیری شد.

#### ساخت کامپوزیت و بررسی خواص آن

الیاف خالص سازی شده به وسیله آسیاب خرد شد و با استفاده از الک‌های آزمایشگاهی در دو اندازه ریز (عبور کرده از مش ۷۰) و درشت (عبور کرده از مش ۴۰ و مانده روی مش ۴۵) دانه بندی شد. سپس، هر گروه جداگانه با نسبت‌های وزنی ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد الیاف با پلی اتیلن سنگین در یک دستگاه مخلوط کن به مدت ۳۰ min مخلوط شد. با این مواد مخلوط گلدان‌های کامپوزیتی به وسیله دستگاه تزریق زیر فشار ۳/۲ MPa و دمای استوانه ۱۸۰°C تهیه شدند. تصویر نمونه‌هایی از گلدان‌های تهیه شده در **شکل ۱** نشان داده شده است.

برای تعیین خواص مکانیکی، قطعاتی به شکل دمبل از نمونه‌ها بریده و پس از اندازه‌گیری ابعاد آنها با کولیس، در آزمون کشش با سرعت ۵ cm/min قرار داده شدند (ASTM D 638). آزمون استحکام ضربه‌ای

## نتایج و بحث

## خواص الیاف

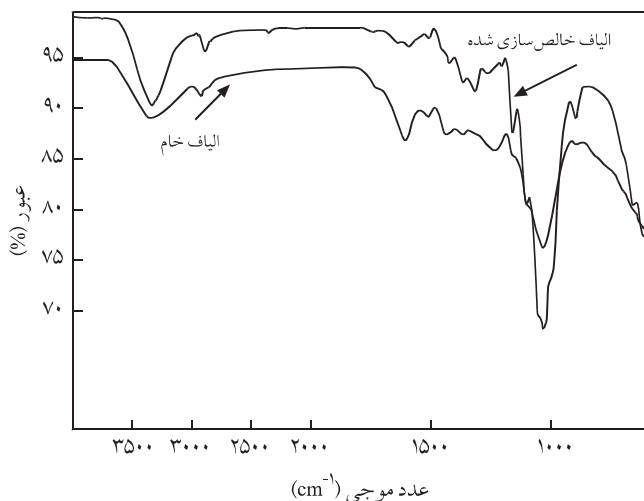
میانگین خواص اندازه‌گیری شده برای الیاف خام و خالص‌سازی شده در **جدول ۲** آمده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، درصد لیگنین و خاکستر در الیاف خالص‌سازی شده نسبت به الیاف خام کاهش چشم‌گیری داشته به طوری که لیگنین حدود ۵۱٪ و خاکستر حدود ۷۵٪ در اثر خالص‌سازی کاهش یافته است. تجزیه واریانس داده‌ها نشان داد، اختلاف معنی‌داری بین میانگین لیگنین و خاکستر الیاف خام با الیاف خالص‌سازی شده وجود دارد. نتایج حاصل از اندازه‌گیری جذب رطوبت به وسیله الیاف نشان می‌دهد، درصد جذب رطوبت در الیاف خالص‌سازی شده از الیاف خام بیشتر است. علت افزایش جذب رطوبت در الیاف خالص‌سازی شده کاهش مقدار مومی و صمغی سطحی الیاف است. همان‌طور که در **جدول ۲** نشان داده شده است، میانگین قطر الیاف خام ۷۰۷ mm و برای الیاف خالص‌سازی شده ۲۶۵ mm است. کاهش قطر الیاف بر اثر جداشدن لیگنین و همی سلولوز طی فرایند خالص‌سازی شیمیایی است. در استفاده از الیاف به عنوان تقویت‌کننده کامپوزیت‌ها مقدار استحکام کششی الیاف اهمیت ویژه‌ای دارد و هرچه استحکام کششی الیاف بیشتر باشد، اثر تقویت‌کنندگی بیشتری در کامپوزیت خواهد داشت.

همان‌طور که در این جدول مشاهده می‌شود، استحکام کششی الیاف خالص‌سازی شده نسبت به استحکام کششی الیاف خام حدود ۷۰ درصد افزایش دارد و در نتیجه برای تهیه کامپوزیت مناسب‌تر هستند. تجزیه واریانس داده‌های مربوط به جذب رطوبت، قطر و استحکام کششی نشان داد، اختلاف معنی‌داری بین میانگین این متغیرها در الیاف خام و خالص‌سازی شده وجود دارد.

**شکل ۲** طیف‌های FTIR به دست آمده برای الیاف خام و الیاف خالص‌سازی شده را نشان می‌دهد. در این طیف قله منفی در عدد موجی  $1606 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به مواد لیگنینی و همی سلولوزی است [۱۲، ۱۵]. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، در طیف الیاف خالص‌سازی

جدول ۲ - خواص شیمیایی، فیزیکی و مکانیکی الیاف.

الیاف	جذب رطوبت (%)	قطر ( $\mu\text{m}$ )	استحکام کششی (MPa)	لیگنین (%)	خاکستر (%)
خام	۳۸	۷۰۷	۱۴۷۵	۱۹۷	۸
خالص‌سازی شده	۸۶	۲۶۵	۲۲۵/۹	۹۷	۲



شکل ۲ - طیف FTIR برای الیاف خام و خالص‌سازی شده.

شده این قله وجود ندارد که می‌توان نتیجه گرفت همی سلولوز و لیگنین طی فرایند خالص‌سازی از الیاف خرما جدا شده‌اند. پیک‌های  $1513 \text{ cm}^{-1}$  و  $1433 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش کششی  $\text{C}=\text{C}$  آروماتیک است. برجستگی این پیک در الیاف خالص‌سازی شده به دلیل کاهش لیگنین بسیار کمتر از الیاف خام است [۱۲، ۱۵، ۱۶]. محدوده بسامد  $1200 - 950 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش کششی  $\text{C}-\text{O}$  است و در این محدوده قله منفی  $1033 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به سلولوز است که در الیاف خالص‌سازی شده، شدت این قله به مراتب از شدت طیف الیاف خام اولیه بیشتر است [۱۶]. قله  $896 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش نوسانی  $\text{C}-\text{H}$  است و نشان‌دهنده وضعیت سلولوز در ماده است. این قله در الیاف خالص‌سازی شده نسبت به الیاف خام شدت بیشتری دارد. اطلاعات به دست آمده از طیف الیاف خام و الیاف خالص‌سازی شده نشان می‌دهد، درصد سلولوز در الیاف خالص‌سازی شده افزایش و درصد لیگنین و همی سلولوز در آنها کاهش یافته است.

**شکل ۳** نمودار تجزیه گرمایی هم‌زمان (SAT) مربوط به الیاف خام و الیاف خالص‌سازی شده را نشان می‌دهد. الیاف خالص‌سازی شده نسبت به الیاف خام دمای شروع و پایان تخریب بیشتری دارند که دلیل آن را می‌توان به علت جدا شدن مواد لیگنینی و همی سلولوزی با مقاومت گرمایی کم طی مراحل خالص‌سازی دانست. دمای شروع تخریب الیاف خالص‌سازی شده نسبت به دمای شروع تخریب الیاف خام ۱۶٪ افزایش دارد. این امر نشان می‌دهد، استفاده از عمل‌آوری شیمیایی در افزایش مقاومت گرمایی الیاف اثر زیادی داشته است. افزایش دمای تخریب در الیاف خالص‌سازی شده به کاهش مقدار لیگنین و همی سلولوز و افزایش مقدار سلولوز در الیاف نسبت داده می‌شود [۱۷]. نتایج به دست آمده از نمودار تجزیه گرمایی برای دمای شروع تخریب، دمای بیشینه و درصد رطوبت الیاف در **جدول ۳** آمده است.

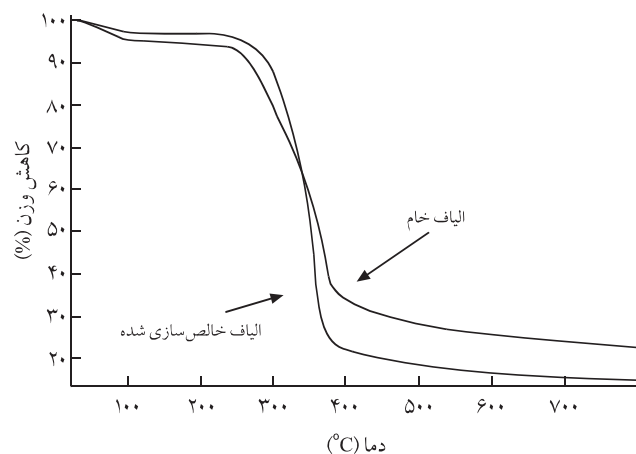
جدول ۴ - میانگین خواص اندازه‌گیری شده برای کامپوزیت‌های مختلف.

کامپوزیت	استحکام ضربه‌ای (kJ/m <sup>2</sup> )	جذب رطوبت (%)	کرنش بیشینه (%)	مدول کشسانی (MPa)	استحکام کششی (MPa)
HDPE	۳/۸	۰/۲	۷۹/۴	۹۴۹/۶	۱۹/۲
PE-D10	۳/۶	۷/۱	۵/۷	۱۱۳۲/۷	۱۹/۶
PE-D20	۳/۴	۷/۲	۳/۹	۱۴۲۷/۹	۲۰/۳
PE-D30	۲/۹	۷/۴	۱/۸	۱۹۵۷/۹	۲۱/۶
PE-R10	۳/۷	۰/۹	۵/۲	۱۲۶۲/۹	۲۰/۱
PE-R20	۳/۵	۷/۰	۳/۲	۱۷۲۸/۱	۲۱/۵
PE-R30	۳/۲	۷/۲	۱/۵	۲۰۸۵/۱	۲۲/۹

نتایج تجزیه واریانس نشان می‌دهد، اثر نوع الیاف و درصد الیاف بر مدول کشسانی کامپوزیت‌ها معنی‌دار بوده، ولی اثر متقابل آنها بر مدول کشسانی معنی‌دار نیست.

همان‌طور که در **جدول ۴** نشان داده شده است، نمونه پلیمری خالص بیشترین مقدار استحکام ضربه‌ای را دارد و هرچه مقدار درصد الیاف بیشتر شود، استحکام ضربه‌ای کامپوزیت کمتر می‌شود. همین مشاهدات نیز برای کامپوزیت‌های تهیه شده با خرده چوب نیز گزارش شده است [۱۸]. مقایسه داده‌های استحکام ضربه‌ای نشان می‌دهد، کامپوزیت‌های تهیه شده با الیاف درشت استحکام ضربه‌ای کمتری دارند. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت، با افزایش درصد الیاف، کامپوزیت شکننده‌تر می‌شود. نتایج تجزیه واریانس روی داده‌های استحکام ضربه‌ای نشان می‌دهد، نوع الیاف و درصد الیاف بر استحکام ضربه‌ای کامپوزیت اثر معنی‌دار دارد، ولی اثر متقابل این دو عامل معنی‌دار نبود.

در **جدول ۴**، مقدار بیشینه کرنش کامپوزیت‌ها در آزمایش کشش در لحظه پاره شدن نمونه آمده است. این داده‌ها نشان می‌دهد، کامپوزیت‌های تهیه شده نسبت به پلیمر خالص کرنش فوق‌العاده کمتری دارد، به طوری که درصد افزایش طول در عمل‌آوری‌های مختلف بین ۱۲ تا ۵۰ برابر کاهش داشته است. اصولاً مواد پلاستیکی هنگامی که زیر نیروی کششی قرار می‌گیرند، افزایش طول خیلی زیادی پیدا می‌کنند. ولی، الیاف سلولوزی افزایش طول چندانی ندارند. با توجه به این که در کامپوزیت پیوستگی مواد زمینه به وسیله الیاف سلولوزی شکسته می‌شود، بنابراین مقدار کرنش کامپوزیت‌ها نسبت به پلی اتیلن خالص کمتر است. کامپوزیت تهیه شده با الیاف درشت نسبت به الیاف ریز دارای کرنش بیشینه بیشتری هستند. نتایج تجزیه واریانس نشان داد،



شکل ۳ - نمودار تجزیه گرمایی الیاف خام و خالص سازی شده.

### خواص فیزیکی و مکانیکی کامپوزیت

میانگین خواص اندازه‌گیری شده برای کامپوزیت‌های تهیه شده در **جدول ۴** آورده شده است. استحکام کششی کامپوزیت‌های تهیه شده در عمل‌آوری‌های مختلف از ۲/۵ تا ۲۰ درصد نسبت به نمونه پلیمری خالص افزایش داشته است. بیشترین مقدار استحکام کششی مربوط به کامپوزیت تهیه شده با الیاف ریز و با ۳۰ درصد الیاف است و کمترین مقدار استحکام کششی مربوط به کامپوزیت تهیه شده با الیاف درشت و با ۱۰ درصد الیاف است. مقایسه کلی استحکام کششی الیاف ریز با درشت نشان می‌دهد، کامپوزیت‌های تهیه شده با الیاف ریز استحکام کششی بیشتری دارند، زیرا الیاف ریزتر با مواد پلیمری بهتر مخلوط شده و چسبندگی بیشتری بین آنها برقرار می‌شود. نتایج تجزیه واریانس نشان داد، اثر نوع الیاف و درصد الیاف و اثر متقابل آنها بر استحکام کششی کامپوزیت‌ها معنی‌دار است.

**جدول ۴** نشان می‌دهد، با افزایش درصد الیاف، مدول کشسانی کامپوزیت‌ها افزایش می‌یابد و کامپوزیت‌های تهیه شده با الیاف ریز دارای مدول کشسانی بیشتری هستند. بیشترین مقدار مدول کشسانی مربوط به کامپوزیت با ۳۰٪ الیاف ریز و کمترین مقدار نمونه پلی اتیلنی خالص نشان داده است. مدول کشسانی در نمونه‌های مختلف کامپوزیت نسبت به نمونه پلی اتیلن خالص ۱۶ تا ۵۲ درصد افزایش دارد.

جدول ۳ - خواص گرمایی الیاف خام و خالص سازی شده.

الیاف	رطوبت (%)	دمای شروع تخریب (°C)	بیشینه دمای تخریب (°C)
خام	۴/۴	۲۶۵/۵	۳۶۷/۲
خالص سازی شده	۴/۴	۳۰۹/۳	۳۸۷/۱



- teristics of Degraded Cellulose Obtained from Steam-exploded Wheat Straw, *Carbohyd. Res.*, **340**, 97-106, 2005.
13. Kacurakova M., Belton P.S., Wison R.H., Hirsch J., and Ebringerova A., Hydration Properties of Xylan-type Structures: an FT-IR Study of Xylooligosacharides, *Sci. Food Agr.*, **77**, 38-44, 1998.
  14. Enayati A.A., Hosseinaei O., Wang S., Mirshokraie S.A., and Tajvidi M., Thermal Properties of Wood-Plastic Composites Prepared from Hemicellulose-extracted Wood Flour, *Iran. J. Polym. Sci. Tchnol. (In Persian)*, **22**, 171-181, 2009.
  15. Sain M. and Panthapulakkal S., Bioprocess Preparation of Wheat Straw Fibers and Characterization, *Indust. Crops Prod-*
  - ucts*, **23**, 1-8, 2006.
  16. Xiao B., Sun X.F., and Sun R.C., Chemical, Structural, and Thermal Characterization of Alkali-soluble Lignins and Hemicelluloses, and Cellulose from Maize Stems, Rye Straw and Rice Straw, *Polymer*, **74**, 307-319, 2001.
  17. Nguyen T., Zavarin E., and Barral E.M., Thermal Analysis of Lignocellulosic Materials. Unmodified Materials, *J. Macromol. Sci.*, **20**, 1-65, 1981.
  18. Cheharmehali M., Kazami Najafi S., and Tajvidi M., Effect of Blending Method on the Mechanical Properties of Wood-Plastic Composites, *Iran. J. Polym. Sci. Tchnol. (In Persian)*, **20**, 361-363, 2008.