

تهیه و بررسی خواص میکرو و نانو بلور سلولز ساقه پنبه

علیرضا شاکری^۱، منیره ایمانی^{۲*} و فرشاد میرکی^۳

۱- دانشیار، پردیس علوم دانشکده شیمی، دانشگاه تهران

۲- نویسنده مسئول، دانشجوی دکترای صنایع خمیر و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

پست الکترونیک: Monir_Imani@yahoo.com

۳- کارشناس ارشد فیتوشیمی، دانشگاه گلستان

تاریخ دریافت: خرداد ۱۳۹۳ تاریخ پذیرش: فروردین ۱۳۹۴

چکیده

سلولز یکی از بسپارهای زیستی فراوان بر روی زمین است که تجدیدپذیر، زیست تخریب پذیر و همچنین غیرسمی است. تولید الیاف سلولز در مقیاس میکرو و نانو و کاربرد آنها در مواد مرکب به دلیل قدرت بالا و سفتی همراه با وزن کم، قابلیت تجزیه زیستی و قابلیت تجدید مورد توجه فراوانی قرار گرفته است. در این تحقیق میکروبلور سلولز (MCC) از پوست ساقه گیاه پنبه با آبکافت اسیدی توسط هیدروکلریک اسید 2N در نسبت های مختلف اسید به خمیر تهیه شد و بعد نانوبلور (NCC) به روش شیمیایی تهیه شد. تأثیر شرایط آبکافت بر روی خواصی مانند مقدار بلورینگی و اندازه بلورهای میکروبلور و نانوبلور سلولز با دستگاه های طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR)، پراش اشعه ایکس (XRD) بررسی شد، همچنین شکل شناسی و اندازه نمونه ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) بررسی شدند. آنالیز الیاف با استفاده از اشعه ایکس نشان داد با افزایش مقدار اسید در میکروبلور سلولز پنبه میزان بلورینگی افزایش ولی اندازه بلور تغییر نمی کند، همچنین میزان جذب رطوبت کمتر شد؛ و اندازه بلور نانوبلور سلولز پنبه بیشتر از اندازه بلور میکروبلور آن گزارش شد.

واژه های کلیدی: میکرو بلور سلولز (MCC)، نانو بلور سلولز (NCC)، مقدار بلورینگی، اندازه بلور، ساقه پنبه، آبکافت اسیدی.

مقدمه

سلولز ارتباط تنگاتنگی با سایر پلی ساکاریدها و لیگنین در دیواره های سلول های گیاهی داشته در نتیجه باعث شده که ریخت شناسی پیچیده تری داشته باشند. تولید الیاف سلولز در مقیاس نانو و کاربرد آنها در مواد مرکب به دلیل قدرت بالا و سفتی همراه با وزن کم، قابلیت تجزیه زیستی و قابلیت تجدید مورد توجه فراوانی قرار گرفته است. البته استفاده از نانو الیاف سلولز برای تقویت بسیار در تحقیقات نسبتاً جدید مطرح می باشد (Siro, et al., 2010).

سلولز یکی از زیست بسپارهای فراوان بر روی زمین است که به عنوان فاز تقویت کننده غالب، در چوب، پنبه، کنف و سایر سازه های گیاهی وجود دارد، همچنین سلولز توسط جلبک ها، تونیکات ها (جانور نیام دار) و برخی از باکتری ساخته می شود. با وجود سادگی مواد شیمیایی مرتبط با آن، ساختار فیزیکی و ریخت شناسی سلولز مادری در گیاهان عالی پیچیده و ناهمگن است. علاوه بر این، مولکول های

در این تحقیق میکروبلور سلولز (MCC) از پوست ساقه گیاه پنبه توسط آبکافت اسیدی توسط هیدروکلریک اسید 2N در نسبت‌های مختلف اسید به خمیر تهیه شد و بعد نانوبلور سلولز (NCC) تهیه شد. تأثیر شرایط آبکافت بر روی خواصی مانند مقدار بلورینگی و اندازه بلورهای نانوبلور و نانوبلور سلولز با دستگاه‌های طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل‌فوری (FT-IR) و پراش اشعه ایکس (XRD) بررسی شد، همچنین شکل‌شناسی و اندازه نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی بررسی شدند.

مواد و روش‌ها مواد و دستگاه‌ها

گیاه پنبه مورد استفاده در این تحقیق در آبان ماه از مزرعه تحقیقاتی دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان واقع در کیلومتر پنج جاده گرگان- ساری تهیه شد. بعد از جمع‌آوری و جدا کردن برگ‌ها و شاخه‌ها، پوست ساقه این گیاه جدا شده و به قطعات ۲/۵ سانتی‌متری بریده و برای تهیه خمیر آماده شد.

در این پژوهش از هیدروکسید سدیم (سود)، با خلوص ۹۸ درصد، استیک اسید خالص برای تهیه بافر استات، هیدروکلریک اسید با خلوص ۳۷ درصد و سدیم کلرید ۲۵ درصد، همگی از شرکت مرک بدون خالص‌سازی استفاده شد. برای تهیه خمیر از دستگاه دایجستر^۱ ۶ محفظه‌ای، شرکت PTI اتریش استفاده شد که توسط حمام روغن حرارت لازم تأمین می‌شد. از دستگاه طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل‌فوری^۲ ساخت شرکت پرکین المان ال ال سی^۳ برای بررسی نمونه‌های میکرو و نانوبلور سلولز استفاده شد. شکل‌شناسی نمونه‌های میکروبلور سلولز توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (JEOL JSM – 5200)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (TEM)، Zeiss-EM-10c آلمان در ولتاژ ۱۵ kv عبوری

سلولز طبیعی شامل مناطق بی‌شکل و بلورین می‌باشد که مناطق بی‌شکل تراکم کمتری نسبت به مناطق بلورین داشته، بنابراین هنگامی که الیاف سلولز در معرض تیمار اسیدی قرار گیرد، مناطق بی‌شکل شکسته شده و منجر به آزاد کردن بلورها می‌شود. خواص نانو بلور سلولز (NCC) به عوامل مختلفی، از جمله منابع سلولز، زمان واکنش و درجه حرارت و نوع اسید استفاده شده برای آبکافت بستگی دارد (Frone, 2011).

مواد بر پایه سلولز و مشتقات آن تقریباً بیش از ۱۵۰ سال در طیف گسترده‌ای از برنامه‌های کاربردی، مانند مواد غذایی، تولید کاغذ، زیست‌مواد و داروسازی استفاده شده است. نانوبلور سلولز (NCC) به دست آمده از آبکافت اسیدی از الیاف سلولز، به عنوان یک کلاس جدید از نانو مواد که در مقایسه با الیاف سلولزی، دارای مزایای بسیاری، مانند بعد در مقیاس نانو، استحکام بالا و مدول، سطح بالا، خواص نوری منحصر به فرد و غیره می‌باشد. این خواص فیزیکی شگفت‌انگیز و کاربردهای آن چشم‌انداز وسیعی نزد دانشمندان و صاحبان صنایع بوجود آورده است که بسیاری از محصولات جدید و توسعه یافته مبتنی بر فناوری نانو ایجاد شده‌اند

(Yuvra, et al., 2009, 2012, Frone, et al., 2011, Szczęśna-Antczak, et al., 2012, and Ioelovich

تهیه و بررسی خواص نانو بلورهای سلولز از الیاف بامبو با کنترل آبکافت سلولز انجام گردید و ریخت‌شناسی نانوبلور توسط میکروسکوپ الکترونی پیمایشی بررسی شد، همچنین میزان تبلور توسط پراش اشعه X اندازه‌گیری شده است (Zhang, et al., 2012).

نانو سلولز دارای قابلیت تبدیل شدن به یک دسته مهم از نانو مواد تجدیدپذیر است که برای بسیاری از برنامه‌های کاربردی مفید می‌باشد. کاربرد عمده نانو سلولز (NCC) به عنوان تقویت‌کننده مواد زائد بسیار ماده زمینه در مواد نانو چندسازه‌ای است. خصوصیات نانو چندسازه‌های سلولزی به انواع، ویژگی‌های NCC و ماده زمینه بسیاری بستگی دارد (Peng, et al., 2011).

1-Digester

2-Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)

3-Perkin elmer Instrument LLC

دمای اتاق خشک شد. نمونه مورد نظر قبل از اندازه‌گیری به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد در آون قرار گرفت و بعد توسط دستگاه طیف‌سنجی تبدیل‌فوریه برای شناسایی گروه‌های عاملی و از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) برای تعیین مقدار بلورینگی و ضخامت اندازه بلور ذرات و از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) برای شکل‌شناسی ذرات میکروبلور سلولز استفاده شد.

تهیه نانو بلور سلولز

۵ گرم از میکروبلور سلولز خشک شده را در یک بالن مجهز به ستون رفلکس که در زیر آن یک همزن مکانیکی مجهز به گرم‌کن قرار داشت همراه با ۲۰۰ میلی‌لیتر هیدروبرمیک اسید ۱/۵ مولار به آرامی و ضمن هم خوردن محلول توسط همزن مکانیکی به داخل بالن ریخته شد. سپس عمل هم زدن به مدت ۴ ساعت و در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد ادامه پیدا کرد. بعد از طی این مدت محلول در دمای اتاق به آرامی سرد شد. سپس به مدت یک ساعت و در مقاطع زمانی کوتاه و متناوب نمونه‌ها فراصوت‌دهی شدند. محلول آماده شده به مدت ۲۰ دقیقه سانتریفیوژ شده و نمونه‌های به‌دست آمده توسط آب مقطر شستشو داده شدند. همین مراحل برای آبکافت توسط هیدروبرمیک اسید ۲/۵ مولار، ۱۶/۵ میلی‌لیتر هیدروبرمیک اسید که به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر رسانده و برای تهیه هیدروبرمیک، ۲/۵ مولار ۲۸/۰۹ میلی‌لیتر هیدروبرمیک به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر رسانده شد (نمونه‌های نانو بلور سلولز به‌دست آمده به مدت ۴۸ ساعت در خشک‌کن انجمادی^۱ قرار داده شدند). بعد از این عمل نمونه‌های به‌دست آمده توسط دستگاه‌های طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل‌فوریه^۳ ساخت شرکت پركين المر آلمان ال ال سی^۴ طیف‌های مربوط به نمونه‌های نانوبلور سلولز تهیه شد و پراش اشعه ایکس و میکروسکوپ الکترونی عبوری مورد آنالیز قرار گرفتند.

بررسی شدند. از دستگاه فراصوت^۱ شرکت hielscher آلمان با دور ۰/۵ و میدان نوسان ۳۰٪ برای فراصوت‌دهی نمونه‌ها جهت تهیه نانوبلور سلولز استفاده شد.

تهیه خمیر

تهیه خمیر از پوست گیاه پنبه به روش سودا با قلیائیت فعال ۲۸ درصدی بر پایه هیدروکسید سدیم نسبت به وزن خشک خرده چوب انجام شد، در این روش ۱۵۰ گرم از الیاف پنبه را به صورت جداگانه همراه با ۴۸ گرم سود که در ۱۱۹۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شد، درون محفظه‌های دستگاه دیگ پخت قرار داده شدند. زمان پخت ۲۰۵ دقیقه برای پنبه و دمای پخت ۱۷۰ درجه سانتی‌گراد بود. پس از این مرحله خمیر پنبه با عدد کاپای ۲۰/۸ و $\text{pH}_{\text{یکور}} = ۱۲/۸۵$ کاپای خمیرکاغذ برابر استاندارد TAPPI T236 om- 98 اندازه‌گیری شد.

رنگ‌بری خمیر

ابتدا یک محلول دارای ۲۵۰ میلی‌لیتر سدیم کلریت ۷ درصد $\text{pH}=۴$ همراه با ۲۵۰ میلی‌لیتر محلول بافر استات با $\text{pH}=۴$ تهیه شد، سپس ۲۰ گرم از نمونه خمیر پنبه همراه با این محلول به مدت ۹۰ دقیقه و در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد رفلکس شد. پس از رفلکس نمونه‌ها با آب مقطر شستشو و بعد عمل رنگ‌بری یکبار دیگر تکرار شد.

تهیه میکرو و نانوبلور سلولز

تهیه میکروبلور سلولز

خمیر رنگ‌بری شده پنبه برای تهیه میکروبلور سلولز تحت شرایط رفلکس در محیط اسیدی هیدروکلریک اسید آبکافت شد. عمل آبکافت در مقادیر ۲/۵ درصد، ۵ درصد و ۱۰ درصد از اسید انجام شد. میکروبلور سلولز تهیه شده از ساقه پنبه که در غلظت‌های مختلف از هیدروکلریک اسید تهیه شد، با آب مقطر تا pH خنثی شستشو داده شد و در

1-Freeze- dried
3-Fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR)
4-Perkin elmer Instrument LLC

1-Ultrasonic

۴۰ mesh عبور داده شد. سپس قرص‌های کوچکی از نمونه و KBr تهیه و با استفاده از طیف‌سنج Spectrometer و PerkinElmer Spectrum RXI با آشکارساز تری گلیسرین سولفات (DTGS) در عدد موجی بین 1 cm^{-1} و 4000 cm^{-1} با قدرت تفکیکی طیفی 1 cm^{-1} و 24 scan/min مورد بررسی قرار گرفت.

میکروسکوپ الکترونی پیمایشی (SEM)

اندازه نمونه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی JEOL JSM - 5200 پیمایشی با ولتاژ 15 kv بررسی شدند. سطح نمونه‌ها به وسیله لایه نازکی از طلا پوشش داده شد.

میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

نمونه‌های نانو بلور سلولز ساقه گیاه پنبه با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)، Ziess-EM-10 c، آلمان در ولتاژ 15 kv بررسی شدند.

نتایج

پراش اشعه ایکس

شکل ۱ طیف‌های پراش اشعه ایکس نمونه‌های نانوبلور سلولز پنبه آبکافت شده با هیدروکلریک اسید $2/5$ درصد، 5 درصد و 10 درصد را نمایش می‌دهد. همان‌طوری که در شکل ۱ مشخص است با افزایش مقدار اسید از $2/5$ به 10 درصد شدت طیف‌ها (ارتفاع) افزایش و پهنای پیک‌ها کاهش نشان داد. اندازه ذرات نمونه‌های میکروبلور سلولز پوست ساقه در جدول ۱ نمایش داده شده است.

پراش اشعه ایکس (XRD)

به منظور تعیین میزان بلورینگی نمونه‌ها با آزمون XRD از دستگاه X-Ray Diffraction مدل D8 Advance ساخت شرکت Bruker آلمان با تابش پرتو با طول موج 1.54 \AA ، ولتاژ شتاب‌دهنده 40 Kv و جریان 30 mA استفاده شد. طیف پراش در 2θ بین 5° - 50° با گام 0.02 درجه و سرعت 0.5 درجه بر دقیقه بود.

مقدار بلورینگی الیاف و نمونه‌های نانوبلور با استفاده از رابطه سگال (۱) به دست آمد:

$$X_{CR} = \frac{I_{200} - I_{AM}}{I_{200}} \times 100\% \quad (1)$$

در این رابطه I_{200} شدت پیک در ناحیه $2\theta = 22.6^\circ$ مربوط به ناحیه بلوری و I_{AM} شدت پیک در ناحیه $2\theta = 18^\circ$ که مربوط به ناحیه بی‌شکل می‌باشد. ابعاد بخش‌های بلوری الیاف با استفاده از طیف پراش پرتو ایکس و با استفاده از معادله شرر (رابطه ۲) محاسبه شد.

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta} \quad (2)$$

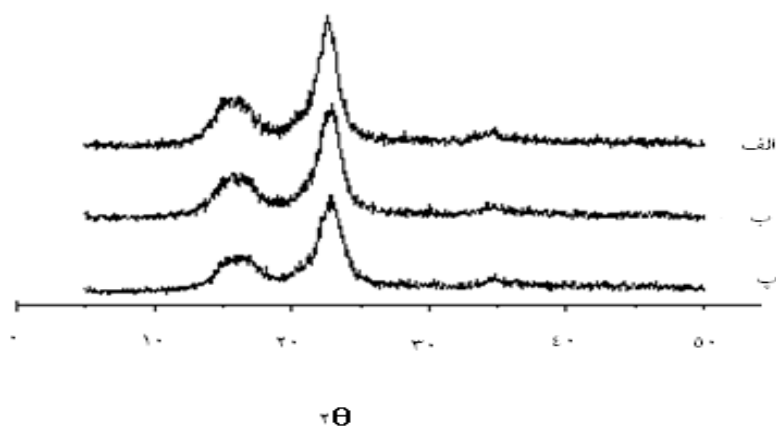
در این معادله D ابعاد بلور، λ طول موج اشعه، β عرض پیک در نصف ارتفاع، θ زاویه پراش بر حسب درجه و K برابر 0.9 است.

طیف‌سنجی تبدیل فوریه - مادون قرمز (FT-IR)

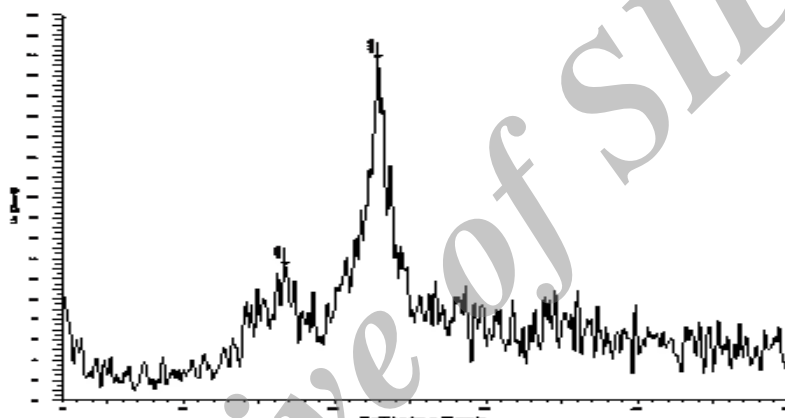
مقدار کمی از نمونه خشک شده آسیاب و از یک الک

جدول ۱- اندازه بلورها و درجه بلورینگی میکرو و نانوبلور سلولز به دست آمده از ساقه گیاه پنبه

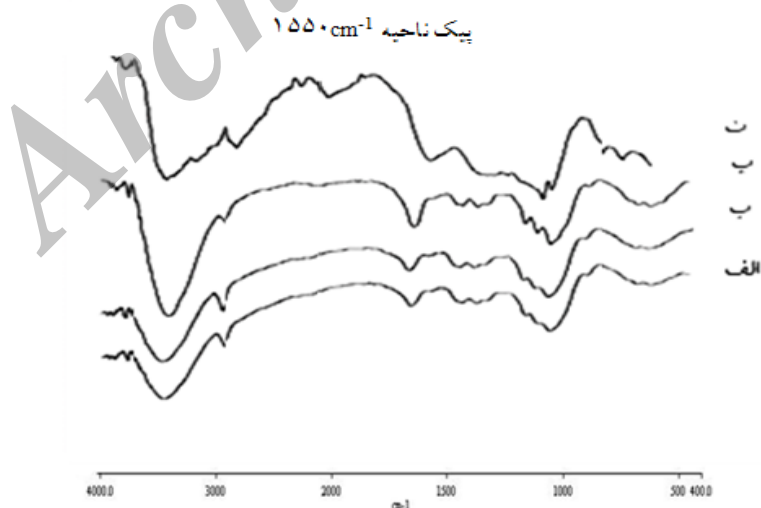
پنبه سفید نشده	پنبه سفید شده	NCC پنبه	MCC پنبه ۱۰ درصد	MCC پنبه ۵ درصد	MCC پنبه ۲/۵ درصد	اندازه بلور (nm)
--	--	۳۰/۸	۴۷/۷۹	۴۷/۷۹	۴۷/۷۹	
۶۷/۵	۷۰/۳	۷۸/۸۸	۷۵/۶۱	۷۲/۶	۷۱/۲	درجه بلورینگی (%)



شکل ۱- طیف‌های پراش اشعه ایکس (XRD) نمونه‌های میکروبلورین سلولز پنبه؛ الف) MCC ۱۰ درصد، ب) MCC ۵ درصد، پ) MCC ۲/۵ درصد



شکل ۲- طیف پراش اشعه ایکس (XRD) نانو بلور سلولز پنبه



شکل ۳- طیف‌های FT-IR نمونه‌های میکروبلور سلولز پنبه، الف) MCC پنبه ۲/۵ درصد، ب) MCC پنبه ۵ درصد، پ) MCC پنبه ۱۰ درصد، ت) میکروبلور سلولز تجاری

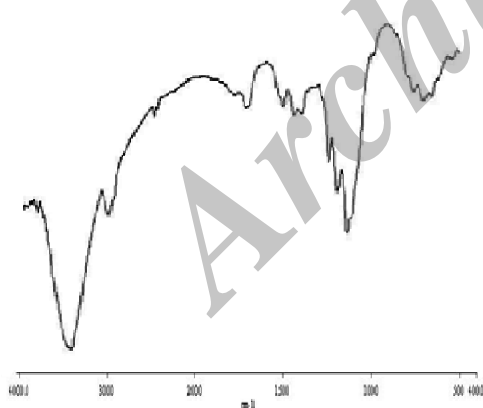
جدول ۲- میزان رطوبت (MI) اندازه گیری شده با طیفسنجی

مادون قرمز

تبدیل فوریه میکروبلور سلولز گیاه پنبه

نوع خمیر	میزان رطوبت
میکرو بلورین ۲/۵ درصد	۱/۰۵۵
میکرو بلورین ۵ درصد	۱/۰۳۱
میکرو بلورین ۱۰ درصد	۰/۹۸۰

نانو بلور سلولزهای به دست آمده از میکرو بلور سلولز پنبه با استفاده دستگاه طیفسنجی مادون قرمز تبدیل فوریه بررسی شدند. پیک جذب شده در 3200 cm^{-1} تا 3400 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی گروه عاملی OH است. پیک مشاهده شده در 2900 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی C-H می باشد. پیک جذب شده در ناحیه 1410 cm^{-1} تا 1440 cm^{-1} مربوط به HCO و HCH خمشی ارتعاشی و پیک جذب شده در ناحیه 1630 cm^{-1} تا 1640 cm^{-1} مربوط به هیدروکسیل خمشی آب جذب شده است. شکل ۴ به ترتیب طیفهای مادون قرمز تبدیل فوریه نمونه های نانوبلور سلولز پنبه را نشان می دهد.



شکل ۴- طیف FT-IR نانوبلور سلولز پنبه

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

شکل شناسی نانوبلور سلولز تهیه شده از پوست ساقه گیاه پنبه، توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد.

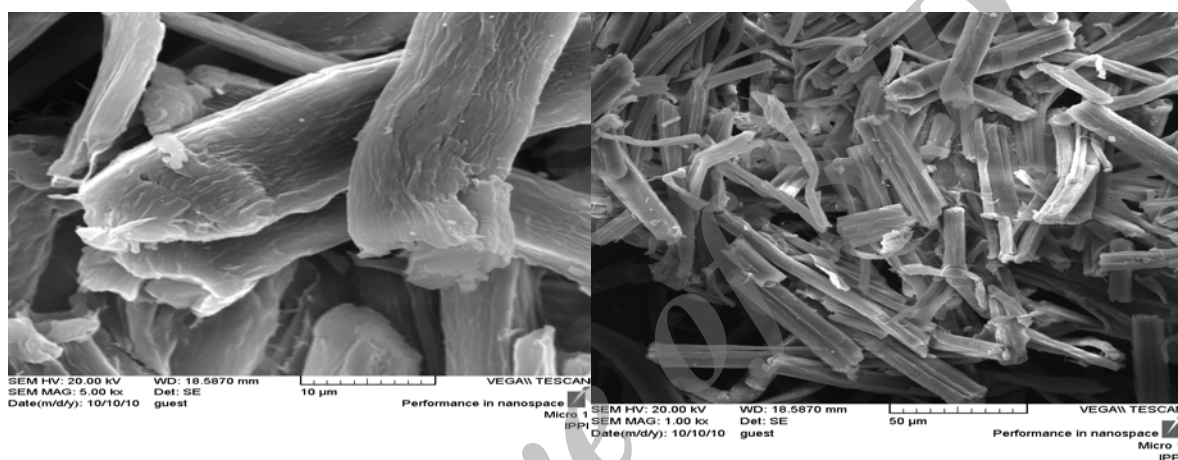
طیفسنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR)

شکل ۳ طیفهای مادون قرمز تبدیل فوریه نمونه های میکروبلورین سلولز ۲/۵ درصد، ۵ درصد و ۱۰ درصد پنبه را نشان می دهد. پیک مشاهده در ناحیه 3300 cm^{-1} تا 3500 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی گروه عاملی هیدروکسیل و پیک جذب شده در ناحیه 2900 cm^{-1} تا 2950 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی پیوند C-H است (Xiao, et al., 2001).

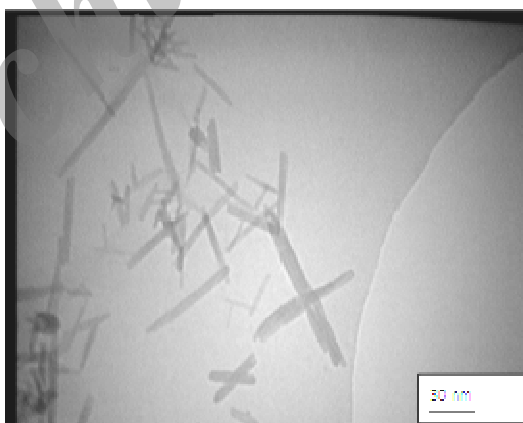
با توجه به شکل ۳ پیک جذب شده در ناحیه 1718 cm^{-1} الیاف پنبه تیمار شده، مربوط به گروه های استیل و گروه های استری اورانویک اسید همی سلولز و یا پیوند استری گروه های کربوکسیلیک اسید و پاراکوماریک اسید لیگنین می باشد (Xiao, et al., 2001). همان طور که ملاحظه می شود شدت این پیک در الیاف تیمار شده و آبکافت شده با هیدروکلریک اسید ۱۰ درصد بسیار کمتر شده است. پیک مربوط به ناحیه 1560 cm^{-1} در نمونه ها مربوط به پیوند کششی C=C حلقه آروماتیک لیگنین می باشد (Alemdar, et al., 2008). پیک جذب شده در 1380 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی نامتقارن پیوند C-H و پیک های مشاهده شده در ناحیه بین 900 cm^{-1} تا 1200 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی پیوند اتری C-O می باشد. پیک مشاهده شده در 890 cm^{-1} در الیاف تیمار شده و تیمار نشده پنبه بیانگر حضور پیوندهای گلیکوزیدی بین منوساکاریدها می باشد که شدت این پیک برای الیاف رنگ بری شده بیشتر شده است. طیفسنجی مادون قرمز تبدیل فوریه یکی از روش های مطلوب و با ارزش برای به دست آوردن دقیق اطلاعات نسبی در مورد ساختار سلولز از قبیل ماهیت پیوند هیدروژنی و مقدار بلورینگی و میزان رطوبت (MI) می باشد. با تعیین نسبت پیک جذبی 1640 cm^{-1} به 2903 cm^{-1} میزان رطوبت (MI) هر یک از نمونه را می توان به دست آورد. جدول ۲ میزان رطوبت (MI) جذب شده نمونه های میکروبلورین سلولز ۲/۵ درصد، ۵ درصد و ۱۰ درصد پنبه را نشان می دهد. با توجه به مقادیر جدول ۲ مشاهده می شود که میزان رطوبت (MI) در میکروبلورین سلولز با افزایش غلظت اسید نیز کمتر می شود (Miraki و همکاران، 2014).

سلولزی، قطر الیاف تیمار شده کم شده است. همان‌طور که در شکل ۵ دیده می‌شود، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پنبه نشان می‌دهند که قطر الیاف به دست آمده کاملاً در ناحیه میکرومتر می‌باشند. در شکل ۵ (الف) که مربوط به نانوبلور سلولز الیاف پنبه می‌باشد ملاحظه می‌شود که قطر الیاف به دست آمده کمتر از ۵۰ میکرومتر و در شکل ۵ (ب) قطر الیاف میکروبلورین سلولز به دست آمده از پنبه در حدود ۱۰ میکرومتر است.

تصاویری که از نمونه‌های نانوبلور سلولز گرفته شده است در شکل ۵ نشان داده شده‌اند. شکل ۵، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته شده از نمونه‌های میکروبلورین سلولز پنبه را نشان می‌دهد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الیاف تیمار شده پنبه بیانگر این است که در اثر تیمار نمودن الیاف با کلریت سدیم، مواد پکتینی، همی‌سلولزی و لیگنینی دور الیاف سلولزی خارج شده‌اند. به علت خروج مواد غیرسلولزی موجود در لایه‌های میانی دیواره‌های الیاف



شکل ۵- الف و ب) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوبلور سلولز پنبه



شکل ۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نانوبلور سلولز پنبه در مقیاس ۳۰ نانومتر

استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) بررسی شدند. شکل ۶، تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری

میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) شکل‌شناسی نمونه نانو بلور سلولز ساقه گیاه پنبه با

منابع مورد استفاده

- Frone, A. N., Panaitescu, D. M. and Donescu, D., 2011. Some aspects concerning the isolation of Cellulose Micro- and Nano- Fibers, 73: 133-152.
- Ioelovich, M., 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanoscience and Nanotechnology*, 2(2): 9-13.
- Miraki, F. and Shakeri, A., 2014. Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose (MCC) from Kenaf and Cotton Stem. *Iranian Journal of Wood and Paper Industries*, 4(2): 25-34.
- Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L. and Tam, K. C., 2011. Chemistry and Applications of Nanocrystalline Cellulose and its Derivatives. *a Nanotechnology Perspective the Canada Journal of Chemical*, 1-16.
- Siro, I. and Plackett, D., 2010. Microfibrillated cellulose and nanocomposite materials: new a review, 17: 459-494.
- Szczęsna-Antczak, M., Janusz, K. and Antczak, T., 2012. Nanotechnology - Methods of Manufacturing Cellulose Nanofibres, fibers & textiles in Eastern Europe, 8-12.
- Xiao, B., Sun, X.F. and Sun, R., 2001. Chemical, structural, and thermal characterization of alkali-soluble lignins and hemicelluloses, and cellulose from maize stems, rye straw, and rice straw. *Polym. Degrad. Stab*, 74: 307-319.
- Yuvra, J. P., Chauhan, R. S., Sapkala, V. S. and Zamre, G. S., 2009. Microcrystalline cellulose from Cotton rags (waste from garment and hosiery industries), 7(2): 681-688.
- Zhang, Y., Lu, X. B., Chang, G., Lv, W.J. and Yao, J.M., 2012. Preparation and Characterization of Nano Crystalline Cellulose from Bamboo Fibers by Controlled Cellulase Hydrolysis. *Journal of Fiber Bioengineering & Informatics*, 5(3): 263-271.

(TEM) نمونه نانوبلور سلولز پنبه می باشد. همان طوری که در شکل ۶ مشخص می باشد تصاویر ذرات به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مربوط به الیاف نانو بلور پنبه نشان می دهند که قطر الیاف به دست آمده کاملاً در ناحیه نانومتر می باشند. بنابراین ملاحظه می شود که قطر الیاف نانو بلورهای سلولز تهیه شده از پنبه کمتر از ۳۰ نانومتر می باشد.

بحث

میکرو بلور سلولز از ساقه گیاه پنبه به روش آبکافت اسیدی در غلظت های مختلف اسید کلریدریک تهیه شد. نتایج مطالعات پراش اشعه X نشان داد با افزایش مقدار غلظت اسید میزان بلورینگی میکرو بلورها افزایش یافت، به طوری که بیشترین مقدار بلورینگی در میکرو بلورهای تهیه شده با ۱۰ درصد اسید بود. بررسی نانو بلور و میکرو بلور سلولز با استفاده از اشعه ایکس نشان داد که درجه بلورینگی نانوبلور سلولز پنبه کمتر از درجه بلورینگی میکرو بلورین سلولز پنبه بود، اما اندازه بلور آن بیشتر از میکرو بلورین سلولز پنبه گزارش شد. نتایج طیف سنجی مادون قرمز نشان داد که با کاهش قطر الیاف میزان مواد استخراجی و لیگنین نمونه ها کاهش و با افزایش میزان بلورینگی میزان جذب آب نمونه ها کاهش نشان داد.

Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) and nano crystalline cellulose (NCC) from cotton stem

A. Shakeri¹, M. Imani^{2*} and F. Miraki³

1-Associate Prof., Dept. of Chemistry, University of Tehran, Tehran, Iran

2*- Corresponding author, Ph.D. Student of Pulp and Paper Technology, Gorgan University of

Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran, E-mail: Monir_Imani@yahoo.com

3-M.Sc., Department of Chemistry, Golestan University, Gorgan, Iran

Received: May, 2014

Accepted: April, 2015

Abstract

Cellulose is one of the most abundant natural biopolymer on earth which is renewable, biodegradable and non-toxic. Micro and Nano-scale cellulose fibers and their applications in composite materials due to their high strength and stiffness combined with low weight, biodegradability and renewability has attracted considerable attention. In this study, Micro-crystalline cellulose (MCC) from the bark of the cotton stem was produced by acid hydrolysis in various ratios of 2N hydrochloric acid. Then Nano-crystalline cellulose (NCC) was prepared by chemical methods. The effect of hydrolysis conditions on properties of MCC and NCC such as the crystallinity and crystal size were evaluated using Fourier Transformed Infra-Red Spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD) and the shape and size of the samples were measured by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). Fiber analysis using X-ray showed that increasing the content of acid in the Nano-crystals (NCC) of cotton, the crystallinity of Micro- crystalline cellulose increased but the crystal size did not change Moisture uptake reduced. The crystal size of cotton cellulose was larger than its micro- crystals.

Keywords: Micro-crystalline cellulose (MCC), nano-crystalline cellulose (NCC), the crystallinity, crystal size, cotton stem, acid hydrolysis.