بررسی خواص میکروکریستالین سلولز به دست آمده از ساقه پنبه و پوست کنف

فرشاد میره کی[۱]
علیرضا شاکری[۲*]

[۱] کارشناس ارشد فیتوشیمی دانشگاه گلستان،
[۲]دانشیار، دانشکده شیمی، پردیس علوم دانشگاه تهران

* مسئول مکاتبات:
a.shakeri@gu.ac.ir

تاریخ دریافت: ۱۳۹۰/۱۲/۲۳
تاریخ پذیرش: ۱۳۹۱/۰۴/۱۸

چکیده

از جمله موادی که در سال های اخیر از آن به عنوان پر کننده و تقویت کننده زیست تخریب پذیر برای تهیه چند سازه استفاده می شود سلولز، میکرو سلولز و نانو سلولز هستند. در این تحقیق میکروکریستالین‌سلولز (MCC) از پوست ساقه گیاه پنبه و کنف با هیدرولیز اسیدی توسط هیدروکلریک اسید 2N در نسبت‌های مختلف اسید به خمیر تهیه شد. تاثیر شرایط هیدرولیز برروی خواصی مانند میزان بلورینگی و اندازه بلورهای میکروکریستالین‌سلولز با دستگاه‌های طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل‌فوریه (FT-IR)، پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شدند. نتایج نشان داد که با افزایش میزان اسید در هر دو نمونه میزان بلورینگی افزایش یافته ولی اندازه بلور تغییر نمی‌کند. میزان بلورینگی MCC ساقه پنبه بیشتر از پوست کنف بود. همچنین نتایج SEM نشان داد که اندازه الیاف ساقه پنبه و پوست کنف پس از تیمار اسیدی میکرونی می‌باشد.

واژگان کلیدی: میکروکریستالین‌سلولز(MCC)، میزان بلورینگی، اندازه بلور، کنف و پنبه، هیدرولیز اسیدی

مقدمه

سلولز مشتقات فراوانی دارد که یکی از آنها میکروکریستالین‌سلولز (MCC) است. میکروکریستالین-سلولز با اعمال فرآیندهای مختلف فیزیکی ومکانیکی بر روی سلولز به‌دست می‌آید. پودر میکروکریستالین سلولز در پایان دهه ۱۹۸۰ در آمریکا به عنوان نخستین پرکننده خنثی در مواد دارویی به ویژه انواع قرص‌ها و نان‌های رژیمی به نام تجاری آویسل (میکروکریستالین‌سلولز) به بازار عرضه شد. میکروکریستالین‌سلولز یکی از مهم‌ترین فرآورده‌ها در صنایع داروئی، غذایی، آرایشی، پلاستیک‌سازی و دیگر صنایع می‌باشد [۱]. از فرم ژل میکروکریستالین‌سلولز به عنوان تنظیم کننده گرانروی، عامل سوسپانسیون و یک ماده امولسیون کننده در چسب‌ها و کرم‌ها و... استفاده می‌شود [۲]. ژل (میکروکریستالین‌سلولز) نامحلول با خواص تیکسوتروپیک[۱] و شبه پلاستیک است که برای کاربرد در طیف گسترده‌ای از صنایع غذایی به عنوان جایگزین چربی مناسب می‌باشد. از سوی دیگر میکروکریستالین‌سلولز دارای پایه الیاف خوراکی است و به عنوان عامل غنی‌کننده لیفی می‌تواند در تداوم سلامت و پیشگیری از بیماری‌ها در تولید غذا مورد استفاده قرار گیرد. میکروکریستالین سلولز ضمن

[1] Thixotropic

داشتن قابلیت جذب سطحی محلول‌های داروئی، پرس پذیری مناسبی نیز دارد و یکی از مهم‌ترین اکسی‌پیان‌ها و پرکننده‌ها در تهیه سامانه‌های مایع به جامد است. ویژگی‌های مربوط به شکل و سطح میکروکریستالین‌سلولز، بهترین قابلیت برای جاری شدن را فراهم می‌آورد و به همین دلیل گزینه کامل و بی‌نقصی برای مصرف به‌عنوان ضد کلوخه کننده است. عمده‌ترین موارد مصرف آن عبارت اند از انواع پنیر، ادویه، سوپ‌های آماده، سس‌ها، و همان‌طور که اشاره شد به دلیل قابلیت پرس شدن در فرآورده‌های دارویی مانند قرص‌ها و موارد دیگر مانند سوسپانسیون‌ها کاربرد دارد [۲]. Jue و همکاران (۲۰۰۸)، از میکرو کریستالین سلولز برای تقویت ماده زمینه پلیمری برای تهیه چندسازه استفاده نمودند [۳]. میکروکریستالین‌سلولز را می توان از منابع مختلف از جمله پنبه، کنف، ضایعات و پس مانده‌های محصولات کشاورزی و ... که بیشتر آنها گیاهان غیرچوبی هستند، تهیه کرد. به عبارت دیگر برای به دست آوردن آن نیاز به مواد اولیه گران‌قیمت و هزینه‌های بالا نیست [۴و۵]. دراین تحقیق از ساقه گیاه پنبه و پوست کنف، خمیر تهیه و با مقادیر مختلف غلظت اسید، هیدرولیز شد تا میکرو کریستالین سلولز تهیه شود. آنگاه خواص آن با روش‌های طیف سنجی مادون قرمز، پراش اشعه X و میکرسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شد.

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. گیاه کنف نیز در اسفند ماه در مرکز تحقیقات کشاورزی ورامین گردآوری شد. بعد از گردآوری و جدا کردن برگ‌ها و شاخه‌ها، پوست ساقه این گیاهان جدا شده و به قطعه‌های ۲/۵ سانتیمتری بریده و برای تهیه خمیر آماده شدند. در این تحقیق از هیدروکسید سدیم (سود)، شرکت مرک با خلوص ۹۸٪ برای تهیه خمیر به روش سودا؛ استیک‌اسید یخی[1]، شرکت مرک برای تهیه بافر استات؛ هیدروکلریک اسید شرکت مرک با خلوص ۳۷٪ برای هیدرولیز اسیدی؛ سدیم کلریت ۲۵٪، شرکت مرک، برای تهیه میکروکریستالین‌سلولز؛ و محلول سدیم کلریت، برای رنگ‌بری خمیر استفاده شد. تهیه خمیر توسط دستگاه دایجستر[2] ۶ محفظه‌ای، شرکت PTI اتریش انجام شد که توسط حمام روغن، گرمای لازم تأمین می‌شد. با دستگاه طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل‌فوریه[3] ساخت شرکت پرکین المر آلمان ال ال سی[4] طیف‌های مربوط به نمونه‌های میکروکریستالین سلولز تهیه شدند. شکل‌شناسی نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (JEOL , JSM – 5200 , 20KV) بررسی شد.

تهیه خمیر

تهیه خمیر از پوست گیاه پنبه و کنف به روش سودا با قلیائیت فعال ۲۸ درصدی بر پایه هیدروکسیدسدیم نسبت به وزن خشک خرده چوب انجام شد. در این روش ۱۵۰ گرم از پوست ساقه پنبه و کنف به صورت جداگانه همراه با ۴۸ گرم سود که در ۱۱۹۰ میلی لیتر آب مقطر حل شده، درون محفظه‌های دستگاه دیگ پخت قرار داده شدند. زمان پخت ۲۰۵ دقیقه برای پنبه و ۴۰ دقیقه برای کنف و دمای پخت ۱۷۰ درجه سیلیسوس برای هر دو گیاه گزینش شد. پس از این مرحله، خمیر پنبه با عدد کاپای ۲۰/۸ و $pH_{\text{لیکور}}$= ۱۲/۸۵ و خمیر کنف با عدد کاپای ۲۱/۵۲ و $pH_{\text{لیکور}}$=۱۱/۵۲ به‌دست آمدند. عدد کاپای خمیر کاغذ برابر استاندارد TAPPI T236 om-98 اندازه‌گیری شد.

رنگ‌بری خمیر

در آغاز یک محلول دارای ۲۵۰ میلی‌لیتر سدیم کلریت ۷٪ همراه با ۲۵۰ میلی‌لیتر محلول بافر استات با pH=۴ تهیه شد. ۲۰ گرم از نمونه خمیر پنبه همراه با این محلول به مدت ۹۰ دقیقه و در دمای ۸۰°C رفلاکس شد. پس از رفلاکس نمونه‌ها با آب مقطر شستشو و سپس عمل رنگ‌بری یک بار دیگر تکرار شد. همین روند و مراحل برای خمیر کنف هم انجام شد.

---

[1] Glassial
[2] Digester
[3] Fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR)
[4] Perkin elmer Instrument LLC

تهیه میکروکریستالین‌سلولز

نمونه‌های خمیر رنگ‌بری شده پنبه و کنف برای تهیه میکروکریستالین‌سلولز در شرایط رفلاکس در محیط اسیدی هیدروکلریک اسید هیدرولیز شدند [۶]. عمل هیدرولیز در مقادیر ۲/۵٪، ۵٪ و ۱۰٪ از اسید انجام شدند. نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز تهیه شده از کنف و پنبه، که در غلظت‌های مختلف از هیدروکلریک اسید تهیه شدند، با آب مقطر تا pH خنثی شستشو داده شد و در دمای اتاق خشک شدند. نمونه ها پیش از اندازه‌گیری به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۷۰ سیلیسوس در آون قرار گرفتند و سپس با دستگاه طیف‌سنجی تبدیل فوریه برای شناسایی گروه‌های عاملی و از دستگاه پراش اشعه ایکس(XRD) برای تعیین میزان بلورینگی و ضخامت اندازه بلور ذرات و از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) برای شکل‌شناسی ذرات میکروکریستالین‌سلولز استفاده شد.

تفرق اشعه ایکس (XRD)

برای تعیین میزان بلورینگی نمونه ها با آزمون XRD، با استفاده از دستگاه X-Ray Diffraction مدل D8 Advance ساخت شرکت Bruker آلمان با تابش پرتو با طول موج ۱/۵۴ Å، ولتاژ شتاب دهنده ۴۰ Kv و جریان ۳۰ mA استفاده شد. طیف پراش در 2θ بین ۵-۵۰° با گام ۰,۰۲ درجه، شتاب ۰,۵ درجه بر دقیقه بود.

مقدار بلورینگی الیاف و نمونه‌های میکروکریستالین با استفاده رابطه (۱) به دست‌آمد [۷]:

$$C_r I = \frac{I_{002} - I_{min}}{I_{002}}$$ رابطه ۱-

در این رابطه I_{002} شدت پیک در ناحیه ۲Θ=۲۲/۶ مربوط به ناحیه بلوری و I_{min} شدت پیک در ناحیه ۲Θ=۱۸ که مربوط به ناحیه بی شکل می‌باشد. ابعاد بخش های بلوری الیاف کنف با استفاده از طیف پراش پرتو ایکس و با استفاده از معادله شرر (رابطه ۲) محاسبه شد [۸].

$$D = K\frac{\lambda}{B \cos \theta}$$ رابطه ۲-

در این معادله D ابعاد بلور، λ طول موج اشعه، β عرض پیک درنصف ارتفاع، θ زاویه پراش و K برابر ۰,۹ است.

طیف سنجی تبدیل فوریه – مادون قرمز(FT-IR)

مقدار کمی از نمونه خشک شده، آسیاب و از یک الک ۴۰ mesh عبور داده شد. آن‌گاه قرص های کوچکی از نمونه و KBr تهیه و با استفاده از طیف سنج PerkinElmer Spectrometer Spectrum RXI با نشان‌دهنده گلیسرین سولفات (DTGS) که طول موجی بین $۴۰۰-۴۰۰۰ cm^{-1}$ را نمایش می‌دهد در قدرت تفکیکی طیفی $4cm^{-1}$ و ۲۴scan/min مورد بررسی قرار گرفت.

میکروسکوپ الکترونی پیمایشی (SEM)

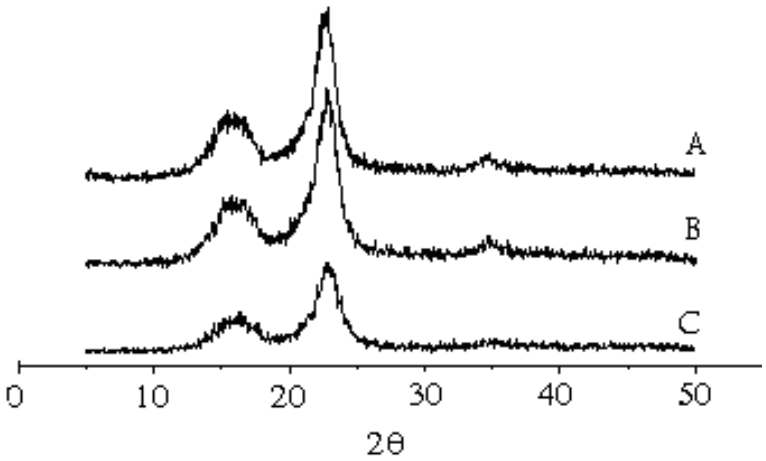
برای بررسی اندازه نمونه ها از میکروسکوپ الکترونی JEOL , JSM – 5200 استفاده شد. سطح نمونه ها با لایه نازکی از طلا پوشش داده شد.

نتایج و بحث

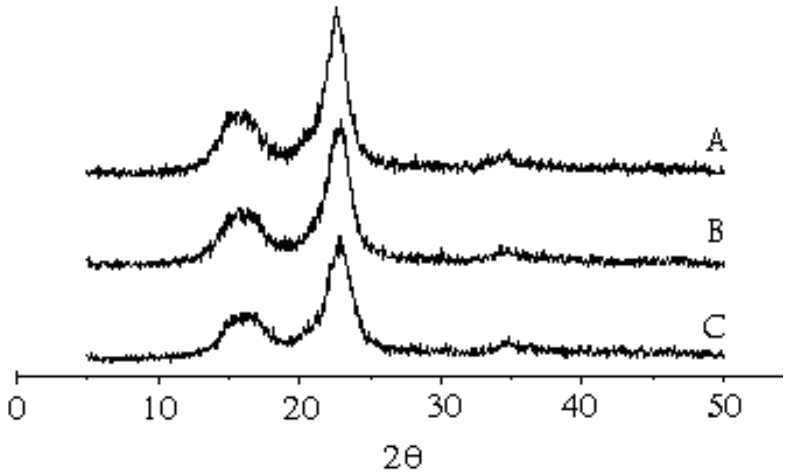
پراش اشعه ایکس

شکل ۱، طیف‌های پراش اشعه ایکس نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز کنف هیدرولیز شده با هیدروکلریک اسید ۲/۵٪ ، ۵٪ ، ۱۰٪ و شکل ۲، طیف‌های پراش اشعه ایکس نمونه‌های میکروکریستالین سلولز پنبه‌ی هیدرولیز شده با هیدروکلریک اسید ۲/۵٪ ، ۵٪ ، ۱۰٪ را نمایش می‌دهد. همان‌طوری‌که در اشکال ۱ و ۲ مشخص است با افزایش مقدار اسید از ۲/۵ به ۱۰ درصد شدت طیف‌ها (ارتفاع) افزایش و پهنای پیک‌ها کاهش نشان می‌دهد. با استفاده از پراش اشعه ایکس میزان بلورینگی و اندازه ذرات نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز پوست ساقه گیاه پنبه و کنف را که با درصدهای حجمی ۲/۵٪ و ۵٪ و ۱۰٪ از هیدروکلریک اسید تهیه شد، اندازه گیری شدند. نمونه‌های خمیر سفیدنشده و سفیدشده و میکروکریستالین‌سلولزهای کنف ۲/۵٪ و ۵٪ و ۱۰٪ به ترتیب دارای میزان بلورینگی ۶۴٪ و ۷۱٪ و ۷۴/۸۷٪ و ۷۶/۲۰٪ و ۷۹/۲۳٪ و اندازه ذرات برای همه نمونه های میکروکریستالین سلولز، ۴/۷۷ نانومتر بود. همچنین نمونه‌های خمیر سفیدنشده و سفیدشده و

میکروکریستالین‌سلولزهای پنبه ۲/۵٪ و ۵٪ و ۱۰٪ به‌ترتیب دارای میزان بلورینگی۶۷٪ و ۷۳٪ و ۷۵/۲٪ و ۷۷/۶٪ و ۸۰/۶۱٪ و اندازه ذرات برای نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز پنبه هم ۴/۱۳ نانومتر بود.



شکل ۱- طیف‌های XRD نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز کنف؛ a) MCC ۱۰٪، b) MCC ۵٪، c) MCC ۲/۵٪

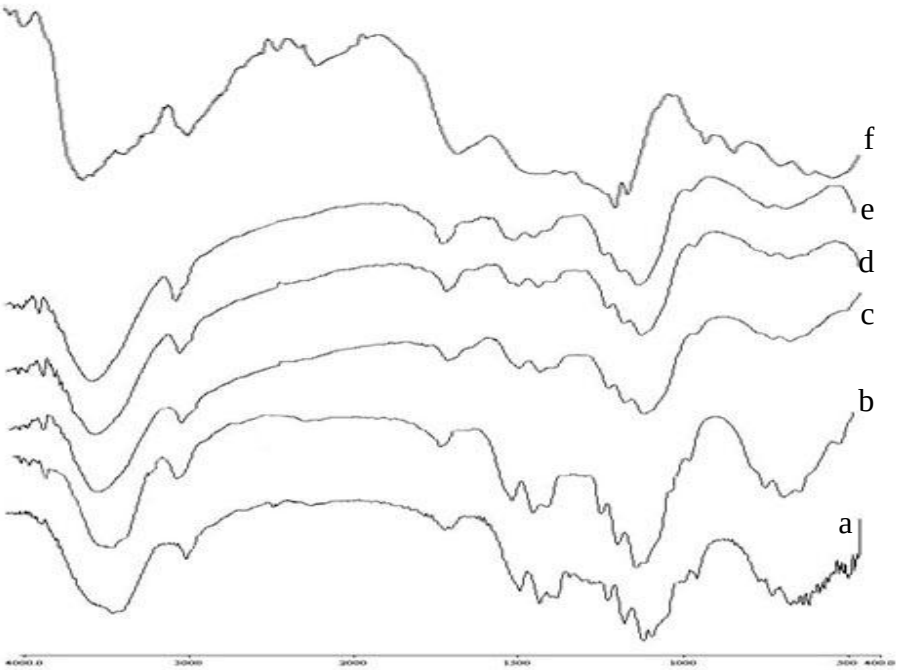


شکل ۲- طیف‌های XRD نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز پنبه a) MCC ۱۰٪، b) MCC ۵٪، c) MCC ۲/۵٪

همان طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود میزان بلورینگی در میکروکریستالین سلولز در پنبه و کنف با افزایش درصد حجمی هیدروکلریک اسید افزایش می‌یابد. همان‌طوری‌که در جدول ۱ دیده می شود میزان بلورینگی نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز به دست آمده ساقه گیاه پنبه از گیاه کنف بیشتر است؛ هر چند که این اختلاف خیلی زیاد نیست. افزایش میزان بلورینگی الیاف بیانگر خارج شدن همی‌سلولز و لیگنین در اثر تیمار کردن شیمیایی الیاف می‌باشد. افزایش میزان بلورینگی سبب افزایش سفتی الیاف سلولزی و افزایش استحکام الیاف می شود. نتایج به دست آمده در جدول ۱ نشان می‌دهد که تیمار کردن الیاف با غلظت‌های مختلف اسید موجب تغییر اندازه بلور در امتداد عمود بر صفحه‌ها (پیک بلند XRD) نمی‌شود.

جدول ۱- میزان بلورینگی و اندازه بلور های میکروکریستالین‌سلولز به دست آمده از ساقه گیاه پنبه و کنف

	پنبه سفید نشده	پنبه سفید شده	MCC پنبه ٪۲/۵	MCC پنبه ٪۵	MCC پنبه ۱۰ ٪	کنف سفید نشده	کنف سفید شده	MCC کنف ٪۲/۵	MCC کنف ٪۵	MCC کنف ٪۱۰
میزان بلورینگی	۶۷	۷۳	۷۵/۲	۷۷/۶	۸۰/۶۱	۶۴	۷۱	۷۴/۸۷	۷۶/۲	۷۹/۲۳
اندازه بلور (mm)	--	--	۴/۱۳	۴/۱۳	۴/۱۳	--	--	۴/۷۷	۴/۷۷	۴/۷۷

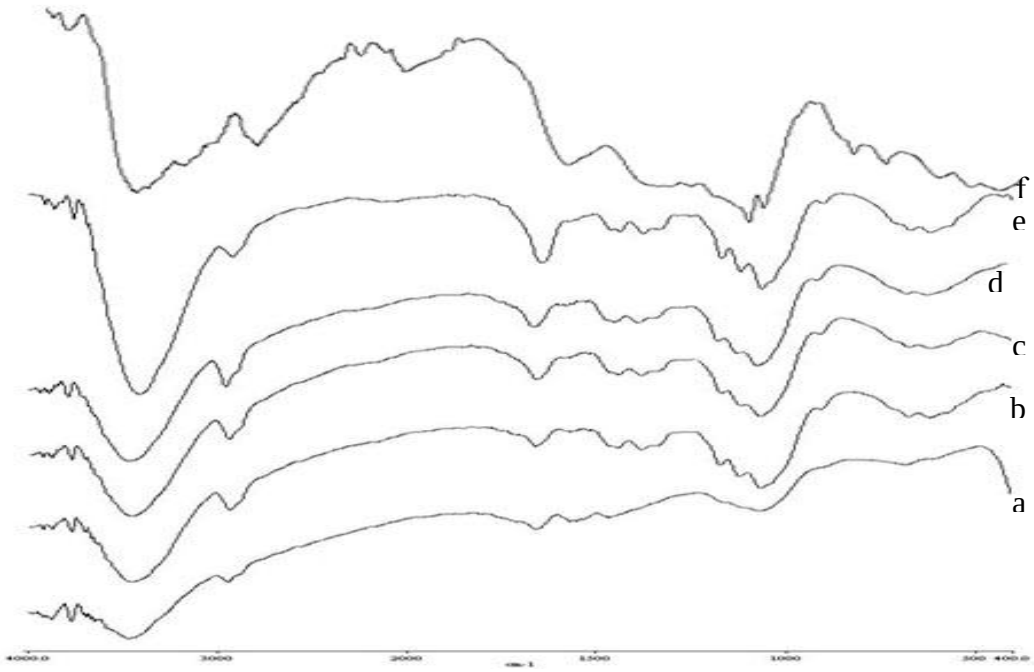


شکل ۳- طیف‌های FT-IR نمونه‌های میکروکریستالین سلولزکنف؛a) الیاف کنف سفید نشده، b) الیاف کنف سفید نشده، c) MCC کنف ٪۲/۵، d) MCC کنف ٪۵، e) MCC کنف ٪ ۱۰ f) میکروکریستالین سلولز تجاری

طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل‌فوریه (FT-IR)

نمونه‌های خمیر سفیدنشده و سفید شده و میکروکریستالین‌سلولزهای تهیه شده از پوست ساقه گیاه پنبه و کنف با درصدهای حجمی ۲/۵٪ و ۵٪ و ۱۰٪ از هیدروکلریک اسید توسط طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه بررسی شدند. پیک دیده شده در ناحیه $۳۳۰۰cm^{-1}$ تا $۳۵۰۰cm^{-1}$ مربوط به ارتعاش کششی گروه عاملی هیدروکسیل و پیک جذب شده در ناحیه $۲۹۰۰cm^{-1}$ تا $۲۹۵۰cm^{-1}$ مربوط به ارتعاش کششی پیوند C-H است [۹و۱۰]. شکل ۳ طیف‌های مادون‌قرمز تبدیل‌فوریه نمونه‌های خمیر سفیدنشده ، خمیر سفیدشده، میکروکریستالین‌سلولز ۲/۵٪ ، ۵٪ و ۱۰٪ کنف را نشان می‌دهد و شکل ۴ طیف‌های مادون‌قرمز تبدیل‌فوریه نمونه‌های خمیر سفیدنشده، خمیر سفیدشده، میکروکریستالین‌سلولز ۲/۵٪ ، ۵٪ و ۱۰٪ پنبه را نشان می‌دهد. با توجه به شکل‌های ۳ و ۴ پیک جذب شده در ناحیه $۱۷۱۸cm^{-1}$ الیاف کنف و پنبه تیمار شده، مربوط به گروه‌های استیل و گروه‌های استری اورانوئیک اسید همی‌سلولز و یا پیوند استری گروه‌های کربوکسیلیک اسید و پاراکوماریک اسید لیگنین می‌باشد [۹]. این پیک در

الیاف کنف تیمار شده آغاز به ناپدید شدن می‌کند؛ زیرا تیمار کردن الیاف با کلریت‌سدیم منجر به خارج شدن همی‌سلولز و لیگنین می‌شود. همان‌طور که دیده می‌شود شدت این پیک در الیاف تیمار شده و هیدرولیز شده با هیدروکلریک اسید ۱۰٪ بسیار کمتر شده است. پیک مربوط به ناحیه $۱۵۶۰cm^{-1}$ در نمونه ها مربوط به پیوند کششی C=C حلقه آروماتیک لیگنین می‌باشد [۱۱]. شدت این پیک در الیاف کنف تیمار شده کاهش می‌یابد که بیانگر خروج لیگنین در الیاف تیمار شده است. پیک جذب شده در $۱۳۸۰cm^{-1}$ مربوط به ارتعاش کششی نامتقارن پیوند C-H و پیک های دیده شده در ناحیه بین $۹۰۰cm^{-1}$ تا $۱۲۰۰cm^{-1}$ مربوط به ارتعاش کششی پیوند اتری C-O می‌باشد. پیک دیده شده در $۸۹۰cm^{-1}$ در الیاف تیمار شده و تیمار نشده کنف و پنبه بیانگر حضور پیوندهای گلیکوزیدی بین منوساکاریدها می‌باشد که شدت این پیک برای الیاف رنگ‌بری شده بیشتر شده است [۸].



شکل ۴- طیف‌های FT-IR نمونه‌های میکروکریستالین سلولزپنبه،a) الیاف پنبه سفید نشده a) الیاف پنبه سفید شده c) MCC پنبه ۲/۵٪، d) MCC پنبه ۵٪، e) MCC پنبه ۱۰٪ f) میکروکریستالین سلولز تجاری

طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه یکی از روش‌های بهینه و با ارزش برای به دست آوردن دقیق اطلاعات نسبی در مورد ساختار سلولز مانند ماهیت پیوند هیدروژنی و میزان بلورینگی و میزان رطوبت (MI) می‌باشد [۱۲]. با تعیین نسبت پیک جذبی $۱۶۴۰ cm^{-1}$ به $۲۹۰۳ cm^{-1}$ میزان رطوبت (MI) هر یک از نمونه ها را می‌توان به‌دست آورد [۱۰]. جدول ۲ میزان رطوبت (MI) جذب شده نمونه‌های الیاف رنگ‌بری نشده، رنگ‌بری شده، میکروکریستالین سلولز ۲/۵٪ و ۵٪ و ۱۰٪ کنف و پنبه را نشان می‌دهد. با توجه به مقادیر جدول ۲ دیده می‌شود که میزان رطوبت (MI) در الیاف تیمار شده کنف و پنبه از الیاف تیمار نشده کمتر است و این میزان در میکروکریستالین سلولز با افزایش غلظت اسید نیز کمتر می‌شود؛ زیرا جذب آب ناحیه بی شکل سلولز به علت قابل نفوذ پذیری و در دسترس پذیر بودن گروه‌های هیدروکسیل جذب آب بیشتری نسبت به ناحیه بلوری دارد.

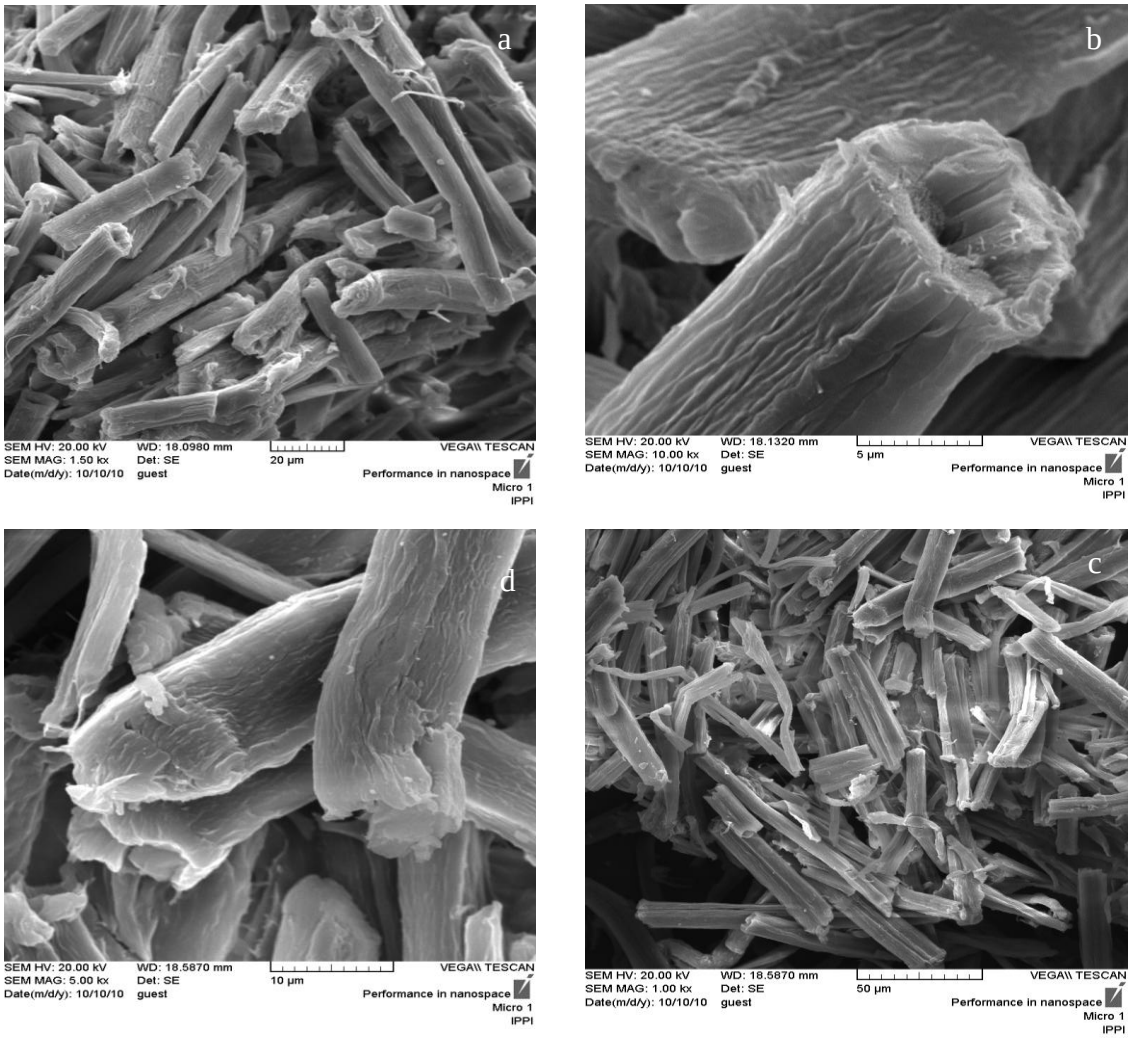
میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

ریخت شناسی میکروکریستالین‌سلولز تهیه شده از پوست ساقه گیاه کنف و پنبه، توسط میکروسکوپ

الکترونی روبشی بررسی شد. تصاویری که از نمونه‌های میکروکریستالین سلولز گرفته شده است در شکل ۵ نشان داده شده‌اند. شکل ۵، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته شده از نمونه‌های میکروکریستالین‌سلولز کنف و پنبه را نشان می‌دهد.

جدول ۲- میزان رطوبت (MI) اندازه گیری شده با طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه میکروکریستالین سلولز گیاه کنف و پنبه

نوع خمیر	پنبه	کنف
خمیر سفید نشده	۱/۰۷۷	۱/۰۷۵
خمیر سفید شده	۱/۰۶۴	۱/۰۶۹
میکرو کریستالین ۲/۵٪	۱/۰۵۵	۱/۰۶۴
میکرو کریستالین ۵٪	۱/۰۳۱	۱/۰۵۷
میکرو کریستالین ۱۰٪	۰/۹۸۰	۱/۰۴۹



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه های میکروکریستالین‌سلولز a) میکروکریستالین‌سلولز کنف، b) میکروکریستالین‌سلولزکنف، c)میکروکریستالین‌سلولزپنبه، d) میکروکریستالین‌سلولز پنبه

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الیاف تیمار شده کنف و 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 سلولزی، قطر الیاف تیمار شده کم شده است. همان‌طور که در شکل ۵ دیده می‌شود، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کنف و پنبه نشان می دهند که قطر الیاف به‌دست آمده به طور کامل در ناحیه میکرومتر می‌باشند. در شکل ۵ (a) دیده می‌شود که قطر الیاف میکروکریستالین‌سلولز کنف کمتر از ۲۰ میکرومتر است. در شکل ۵ (b) هم همان‌طور که دیده می‌شود قطر میکروکریستالین‌سلولز کنف کمتر از ۱۰ میکرومتر است. در شکل ۵ (c) که مربوط به میکروکریستالین‌سلولز الیاف پنبه می‌باشد دیده می‌شود که قطر الیاف به‌دست آمده کمتر از ۵۰ میکرومتر و در شکل ۵ (d) دیده می‌شود که قطر الیاف میکروکریستالین‌سلولز به‌دست آمده از پنبه در حدود۱۰ میکرومتر است.

نتیجه گیری

میکروکریستالین سلولز از ساقه پنبه و گیاه کنف بروش هیدرولیز اسیدی در غلظت های مختلف اسید کلردریک تهیه شد. نتایج بررسی های پراش اشعه X نشان داد که میزان درصد بلورینگی میکرو بلورهای تهیه شده از خمیر ساقه پنبه بیشتر از خمیر کنف بود و با افزایش میزان غلظت اسید، میزان بلورینگی میکرو بلورها افزایش یافت؛ به طوری‌که در هر دو نمونه گیاه کنف و گیاه پنبه بیشترین میزان بلورینگی در میکرو بلورهای تهیه شده با ۱۰٪ اسید بود. اندازه ضخامت ذرات بلور نمونه‌های میکرو کریستالین کنف از پنبه بیشتر و با تغییر غلظت اسید تغییر نداشت. نتایج طیف سنجی مادون قرمز نشان داد که با کاهش قطر الیاف، میزان مواد استخراجی و لیگنین نمونه‌ها کاهش و با افزایش میزان بلورینگی میزان جذب آب نمونه ها کاهش نشان داد.

مراجع

[1] Dan, W., Shi-bin S., Zhan-qian S., and Myoung-Ku, L., 2010. Evaluation of microcrystalline cellulose prepared from kenaf fibers, Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 16(1), 152-156.

[2] Laka, M., and Chernyav Shaya, S., 1996. Method for obtaining microcrystalline cellulose, Pat. LV 11184.

[3] Jue, L., Tao, W., and Lawrence, T., Drzal, 2008. Preparation and properties of microfiberillated cellulose polyvinyl alcohol composite materials. Composites:Part A, 39:738-746.

[4] Landin, M., Martinez-Pacheco, R., Gomez-Amoza, J.L., Souto, C., coucheiro, A., and Rowe, R.C., 1993. Effect of batch variation and source of pulp on the properties of the microcrystalline cellulose, International Journal of Pharmaceutics, 91:133-141.

[5] Gaoknar, S.M., and Kulkrani, P.R., 1987. Improved method for the preparation of microcrystalline cellulose from water hyacinth. Textile Dyer Printer, 20(26):19-22.

[6] Browning B. L., 1967. Methods of wood chemistry, Interscience, New York, 882 p.

[7] Segal, L., Greely, J., Martin, A.E., and Conrad, C.M., 1959. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-Ray diffractometer. Textile Research Journal, 29: 786-794.

[8] Sugiyama, J., Vuong, R., and Chanzy, H., 1991. Electron diffraction study on the two crystalline phases occurring in native cellulose from an algal cell well. Macromolecules, 24: 4168-4175.

[9] 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. Polymer Degradation and Stability, 74: 307-319.

[10] Krutul, D., 1990. Application of spectroscopy in infrared in investigation on properties of cellulose in the stem of oak wood, Annals of Warsaw Agricultural University SGGW-AR. Forestry and Wood Technol. 39, 95-108.

[11] Alemdar, A., and Sain, M., 2008. Biocomposites from Wheat straw nanofibers: morphology, thermal and mechanical properties, Composites Science and Technology, 68: 557-567.

[12] Sidiras, D. K., Koullas, D.P., Vgeno Poulos, A.G., and Koukios, E.G., 1990. Cellulose crystallinity of affected by various technical processes. Cellulose Chemistry and Technology, 24: 309-317.

Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose (MCC) from Kenaf and Cotton Stem

Abstract

Cellulose, microcrystalline cellulose (MCC) and nanofiber cellulose are the ones of materials which are being used recently as biodegradable filler and reinforcing agent for making composites. In this research, microcrystalline cellulose were prepared from kenaf and cotton bast by hydrochloric acid hydrolysis. The effects of hydrolysis condition on amount of crystallinity and crystal size of MCC were investigated by infrared spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). Results have shown that in both samples increasing the acid ratio increased the crystallinity; however, the size of crystals did not change. SEM results have shown that after hydrolysis the size of sample particles was micro.

Keyword: Microcrystalline cellulose, kenaf, Cotton, Crystallinity size, Crystallinity amount, Acid hydrolyze

F. Miraki[1]
A. Shakeri[2*]

[1]M.SC graduated, Department of Chemistry, Golestan University, Gorgan

[2]School of chemistry, University College of science, University of Tehran, Tehran, Iran.

Corresponding author:
a.shakeri@gu.ac.ir

Received: 2012.03.13
Accepted: 2012.07.08