



University of Tehran

Benchmarking of nano-fibrillated Lignocellulose based on evaluation of turbidity of suspension

Faegheh Mousavi¹ | Amir Khosravani² | Pejman Rezayati Charani³

1. Wood and Paper Science and Technology Department, Natural Resources Faculty, Tarbiat Modares University, Iran. E-mail: f.moosavi225@gmail.com

2. Corresponding Author, Wood and Paper Science and Technology Department, Natural Resources Faculty, Tarbiat Modares University, Iran. E-mail: khosravani@modares.ac.ir

3. Department of Forestry and Cellulose Industry, Faculty of Natural Resources, Behbahan Khatam Alanbia University of Technology, Iran. E-mail: rezayati@bkatu.ac.ir

ARTICLE INFO

Article type:

Research Article

Article History:

Received: 04 October 2025

Revised: 09 November 2025

Accepted: 07 January 2026

Published online: 09 February 2026

Keywords:

Nano-fibrillated lignocellulose,
Cellulose nanofiber,
Benchmarking,
Turbidity.

ABSTRACT

The production and application of nano-fibrillated cellulose and lignocellulose have been developed across a wide range of fields. Nevertheless, the diversity of raw materials and processing methods results in considerable variation in nanofibril properties, highlighting the need for simple and efficient indices to assess their quality for benchmarking purposes. The objective of this study was to investigate the feasibility of using suspension turbidity as an indirect criterion for benchmarking the quality of nano-fibrillated cellulose and lignocellulose. For this purpose, three types of poplar kraft pulp with different lignin contents (0.3%, 6.6%, and 12.6%) were produced and subjected to nano-fibrillation using an ultra-fine grinder. The chemical composition, crystallinity index, average nanofibril diameter, suspension turbidity, fibrillation yield, and mechanical properties of the produced films were evaluated. The results indicated that turbidity is a significant indicator for evaluating the quality and benchmarking of nano-fibrillated lignocellulose. Specifically, a 38% variation in turbidity was observed depending on the type of raw material, whereas benchmarking based on the tensile strength of the produced films—despite being time-consuming and susceptible to numerous errors during film preparation and measurement—showed a maximum difference of only 20% between the lowest and highest values. Moreover, the results showed that nano-fibrillated lignocellulose containing 6.6% lignin exhibited the lowest turbidity index, which was attributed to more effective fibrillation. Therefore, turbidity measurement is proposed as a simple, low-cost, and non-destructive approach for evaluating nanofibril quality, alongside conventional indices such as tensile strength and fibrillation yield. This method may also play a valuable role in the development of on-line, industrial-scale benchmarking of nano-fibrillated lignocellulose.

Cite this article: Mousavi, F., Khosravani, A., Rezayati Charani, P. (2026). Benchmarking of nano-fibrillated lignocellulose based on evaluation of turbidity of suspension. *Journal of Forest and Wood Products*, 78 (4), 367-379. DOI: <http://doi.org/10.22059/jfwf.2026.402024.1369>



© The Author(s) **Publisher:** University of Tehran Press.

DOI: <http://doi.org/10.22059/jfwf.2026.402024.1369>



دانشگاه تهران

نشریه جنگل و فرآورده‌های چوب

شاپا الکترونیکی: ۲۳۸۳-۰۵۳۰

وب‌گاه نشریه: <https://jfwf.ut.ac.ir>

عیارسنجی لیگنوسلولز نانوفیبریل براساس ارزیابی کدروی سوسپانسیون

فائقه موسوی^۱ | امیر خسروانی^{۲*} | پژمان رضایتی چرانی^۳

۱. گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی، دانشگاه تربیت مدرس، نور، مازندران، ایران. رایانامه: f.moosavi225@gmail.com

۲. نویسنده مسئول، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی، دانشگاه تربیت مدرس، نور، ایران. رایانامه: khosravani@modares.ac.ir

۳. گروه جنگلداری و صنایع سلولزی، دانشکده منابع طبیعی، دانشگاه صنعتی خاتم‌الانبیاء بهبهان، ایران. رایانامه: rezayati@bkatu.ac.ir

اطلاعات مقاله

چکیده

نوع مقاله:

پژوهشی

تاریخ‌های مقاله:

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۷/۱۲

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۴/۰۸/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۱۰/۱۷

تاریخ انتشار: ۱۴۰۴/۱۱/۲۰

کلیدواژه:

لیگنوسلولز نانوفیبریل،

نانوالیاف سلولزی،

عیارسنجی،

کدورت.

تولید و کاربرد انواع سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل در طیف وسیعی از زمینه‌ها توسعه پیدا کرده است. با این حال، تنوع منابع اولیه و روش‌های تولید موجب تفاوت‌های چشمگیر در ویژگی‌های نانوفیبریل‌ها شده و نیاز به شاخص‌های ساده و کارآمد برای سنجش کیفیت آنها برای عیارسنجی را آشکار می‌سازد. هدف این پژوهش، بررسی قابلیت استفاده از شاخص کدورت سوسپانسیون به‌عنوان معیاری غیرمستقیم برای عیارسنجی کیفیت سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل بود. برای این منظور، سه نوع خمیر کرافت صنوبر با مقادیر متفاوت لیگنین (۰/۳، ۰/۶ و ۱۲/۶ درصد) تهیه و سپس با استفاده از دستگاه سوپر آسیاب دیسکی تحت فرآیند نانوفیبریل شدن قرار گرفتند. ترکیب شیمیایی، درصد بلورینگی، میانگین قطر نانوالیاف، کدورت سوسپانسیون، بازده نانوفیبریل شدن و خواص مکانیکی فیلم‌های تولیدی ارزیابی شد. براساس نتایج، شاخص کدورت به‌عنوان یک شاخص مهم در ارزیابی کیفیت و عیارسنجی لیگنوسلولز نانوفیبریل شناخته شد، به‌طوری که ۳۸ درصد تفاوت این ویژگی در اثر تغییر ماده اولیه مشاهده شد در حالی که در عیارسنجی براساس مقایسه مقاومت کششی فیلم‌های تولیدی، با وجود صرف وقت بسیار، خطاهای متعدد در نحوه تولید فیلم و اندازه‌گیری، حداکثر تفاوت مشاهده شده بین کمترین و بیشترین مقدار، در حد ۲۰ درصد برآورد شد. همچنین نتایج نشان داد، لیگنوسلولز نانوفیبریل حاوی ۶/۶ درصد لیگنین، به‌دلیل نانوفیبریل شدن بهتر، کمترین شاخص کدورت را داشته است. بنابراین، سنجش کدورت، به‌عنوان روشی ساده، کم‌هزینه و غیرمخرب برای ارزیابی کیفیت نانوفیبریل در کنار شاخص‌های مرسوم مانند مقاومت کششی و بازده نانوفیبریل‌اسیون ارزیابی شد که می‌تواند حتی به‌صورت برخط در عیارسنجی صنعتی لیگنوسلولز نانوفیبریل نقش مؤثری ایفا کند.

استناد: موسوی؛ فائقه؛ خسروانی؛ امیر؛ رضایتی چرانی؛ پژمان (۱۴۰۴). عیارسنجی لیگنوسلولز نانوفیبریل براساس ارزیابی کدروی سوسپانسیون. نشریه جنگل و فرآورده‌های چوب، ۷۸

(۴)، ۳۶۷-۳۷۹. DOI: <https://10.22059/jfwf.2026.402024.1369>

ناشر: مؤسسه انتشارات دانشگاه تهران.

© نویسندگان.

<https://doi.org/10.22059/jfwf.2026.402024.1369>



۱. مقدمه

در سال‌های اخیر، توجه زیادی به توسعه مواد زیست‌تخریب‌پذیر از منابع تجدیدپذیر و سازگار با محیط‌زیست جلب شده است. این مواد می‌توانند به‌عنوان جایگزینی برای مواد ساخته شده از منابع طبیعی غیرقابل تجدید مانند نفت، گاز و زغال‌سنگ عمل کنند. بسیار تولید شده از سوخت‌های فسیلی معمولاً صدها سال طول می‌کشد تا تجزیه شوند و در این فرآیند، آسیب‌های جبران‌ناپذیری به محیط‌زیست وارد می‌کنند. در این مورد، منابعی مانند مواد اولیه لیگنوسلولزی که از پسماندهای کشاورزی، بقایای صنایع و درختان به‌دست می‌آید، این زیست‌توده‌ها را براساس مفاهیم توسعه پایدار و اقتصاد چرخشی به‌عنوان جایگزینی امیدوارکننده برای مواد برپایه سوخت‌های فسیلی مطرح کرده است. زیست‌توده لیگنوسلولزی به‌طور کلی از سه جزء اصلی شامل سلولز، همی‌سلولزها و لیگنین تشکیل می‌شود. سلولز به‌عنوان فراوان‌ترین بسیار طبیعی در جهان، به‌طور معمول بین ۳۰ تا ۵۰ درصد از کل ترکیبات زیست‌توده‌های لیگنوسلولزی را تشکیل می‌دهد. این ماده به‌عنوان فراوان‌ترین منبع تجدیدپذیر در طبیعت و در تمامی موجودات زنده وجود دارد [۱، ۲].

سلولز به‌عنوان منبعی مهم برای تولید نانومواد سلولزی (CNM)^۱ مورد توجه قرار گرفته است. نانومواد سلولزی طیف گسترده‌ای از ذرات بر پایه سلولز در مقیاس نانومتری هستند که شکل، اندازه، شیمی سطح و خواص مختلفی دارند و اصطلاح نانوذرات سلولزی برای تمامی این مجموعه استفاده می‌شود. این نانومواد را می‌توان به چهار دسته کلی نانوکریستال سلولزی، سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل، سلولز باکتریایی و نانوالیاف سلولزی الکتروریسی شده دسته‌بندی کرد که در این بین نانوکریستال سلولزی و نیز گروه انواع سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل متداول‌تر از بقیه هستند [۳].

در مجموعه نانومواد سلولزی، لیگنوسلولز نانوفیبریل را می‌توان نانوالیاف لیگنوسلولزی فیبریل شده به روش مکانیکی، متشکل از نانوفیبریل‌های لیگنوسلولزی با میانگین قطری در مقیاس چندین تا چند ده نانومتر دانست. این فیبریل‌ها، مزایای تجدیدپذیری، زیست‌تخریب‌پذیری و غیر سمی بودن سلولز را با ویژگی‌های سطح ویژه زیاد، مقدار زیاد گروه‌های هیدروکسیل و ضریب ظاهری قابل توجه که حاصل نانوابعاد بودن آنها است همراه شده و در قالب یک شکل ویژه از یک ماده منحصراً به‌فرد ارائه می‌نمایند [۴، ۵]. در حال حاضر، نانوالیاف لیگنوسلولزی فیبریل شده، با طیف وسیعی از پیش تیمارهای شیمیایی، آنزیمی و تیمارهای مکانیکی از گستره متنوعی از الیاف منابع مختلف استخراج می‌شوند. بنابراین، امروزه از یک ماده لیگنوسلولزی اولیه ثابت، ده‌ها سوسپانسیون متمایز سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل ممکن است تولید شوند که تنوع زیادی از ویژگی‌های مختلف را دارا خواهند بود [۴، ۵]. به‌علاوه، سوسپانسیون نانوفیبریلی به‌دست آمده در واقع یک ماده چند مقیاس و پیچیده است که حاوی قطعات الیاف (مقیاس میلی‌متر)، الیاف کم فیبریل شده (مقیاس میکرومتر)، نانوالیاف (قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر) و حتی گاهی الیگومرهای محلول در آب است. این تنوع، در صورت استفاده از منابع مختلف گیاهی و تغییر مواد اولیه و ویژگی‌های الیاف اولیه، بسیار افزایش خواهد یافت. بر همین اساس و در همین راستا، تشخیص و مقایسه انواع سوسپانسیون‌های نانوفیبریلی کار آسانی نیست. ناهمگونی زیاد، بحث‌هایی حتی در نامگذاری نانومواد سلولزی ایجاد کرده است [۶].

با توجه به اینکه گسترش کاربردهای صنعتی و ثبت اختراعات متعدد و ایجاد کاربردهای متعدد در این زمینه در حال افزایش است، بنابراین، محصولات جدیدی که از لیگنوسلولز نانوفیبریل استفاده می‌کنند به‌تدریج به بازار ارائه می‌شوند و انواع لیگنوسلولز نانوفیبریل با پتانسیل‌های گوناگون و برای برآوردن انتظارات مختلف ظهور پیدا می‌کنند. در نتیجه، لازم است که بین تمام انواع نانوفیبریل موجود تمایز واضح وجود داشته باشد، تا به انتخاب مناسب‌ترین آنها کمک شود [۵]. اما به هر ترتیب، تنوع مواد اولیه و روش‌های تولید سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل از طریق فیبریلایسیون مکانیکی و روش‌های پیش‌تیمار منجر به تنوع در نانوالیاف لیگنوسلولزی و ویژگی‌های آنها شده است [۶].

تحقیقات بسیاری در خصوص تولید و به‌کارگیری نانوالیاف سلولزی انجام می‌شود. اما یک موضوع مهم این است که چگونه و با چه شاخص‌هایی می‌توان کیفیت نانوالیاف تولیدی را بررسی و با سایر تحقیقات مقایسه کرد. این هدف تنها براساس چند تصویر میکروسکوپ الکترونی قابل انجام نیست. به‌همین دلیل در طول دهه گذشته، روش‌های زیادی برای توصیف و ارائه معیارهایی

¹ Cellulose Nano-Material

برای سنجش کیفی انواع نانوالیاف توسعه یافته است و چندین مقاله تحقیقی و مروری مرتبط با این موضوع منتشر شده است. این مقالات، دستورالعمل‌های متعددی براساس تعیین مشخصات دقیق ابعاد و مورفولوژی (طول، قطر و نسبت ابعاد)، بار سطحی، شیمی سطح، بلورینگی، خواص مکانیکی، خواص رئولوژیکی و پارامترهای دیگر برای سلولزنانوفیبریل ارائه کرده‌اند [۷، ۶].

به‌طور کلی، روش‌های ارزیابی به‌شدت به فرآیند تولید، منبع سلولزی و کاربرد نهایی آنها بستگی دارد. روش‌های زیادی برای تعیین مشخصات و ارزیابی آنها وجود دارد. محققان، شرکت‌ها و بخش‌های صنعتی باید مناسب‌ترین روش را برای تعیین یک پارامتر خاص انتخاب کنند. علاوه بر این، آنها باید با استفاده از روش مناسب در هر مورد، سطح ارزیابی مورد نیاز برای یک هدف یا کاربرد خاص را تعیین کنند [۷]. بر همین اساس، Lizumi و همکاران (۲۰۲۵) از روش ته‌نشین‌سازی برای برآورد اندازه ذرات استفاده نمودند که امکان استفاده از آن به‌صورت برخط وجود نداشت [۸]. همچنین، Ämmälä و همکاران (۲۰۲۵) آنالیز تصاویر میکروسکوپی را برای برآورد سطح جانبی نانوالیاف به‌عنوان تکنیک‌های عیارسنجی به‌کار بردند [۹]. اما لازم است، روش‌های ارزیابی، در عین کارآمد بودن، ساده و ارزان باشد. بنابراین، پارامترهای ارزان و ساده متعددی برای تعیین کیفیت سوسپانسیون‌های حاوی نانوفیبریل‌های تولید شده مورد استفاده قرار گرفته‌اند. در همین زمینه، کدورت‌سنجی، یا قابلیت عبور نوری سوسپانسیون به‌عنوان یک شاخص غیرمستقیم مطرح شده است. چنانکه کلئیدهای حاوی صد درصد نانوماده، کاملاً شفاف دیده می‌شوند و با افزایش میانگین قطری و حضور میکروفیبریل‌ها، مایع کلئیدی کدرتر مشاهده می‌شود. بر همین اساس، این پارامتر برای ارزیابی فرآیند نانوفیبریل‌شدن معرفی شده و در نتیجه متناسب با پراکندگی نور ایجاد شده توسط ذرات بزرگ در یک سوسپانسیون، پارامتر کدری، قابلیت استفاده به‌عنوان یک شاخص عیارسنجی را پیدا کرده است. زیرا کدر بودن کلئید را می‌توان به‌عنوان یک شاخص کلی ارزیابی فیبریل‌اسیون ضعیف مورد ارزیابی قرار داد؛ چنانکه در اثر وجود قطعات درشت الیاف و میکروفیبریل‌ها، نور مرئی پراکنده شده و کلئید کدر می‌گردد. در حالی که، این مقدار (کدری) برای سوسپانسیون کاملاً نانوفیبریل‌ناچیز خواهد بود. در تحقیقی، با معرفی یک شاخص کیفی چندمعیاره برای مقایسه انواع سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل تجاری، تأکید کردند که کدری یکی از پارامترهای کلیدی در این شاخص است. آنها بیان کردند که کدری بیشتر نشانه حضور فیبریل‌هایی است که به‌خوبی فیبریل‌نشده‌اند، در حالی که کدری کم سوسپانسیون با سطح ویژه بیشتر، همگنی بیشتر و در نتیجه با خواص مکانیکی مطلوب‌تر فیلم‌های نانوفیبریل همبستگی دارد [۶]. Brännvall و Aulin (۲۰۲۲)، نشان دادند که وجود لیگنین و همی‌سلولزها در الیاف اولیه می‌تواند بر فرآیند فیبریل‌شدن و به‌دنبال آن کدری سامانه تعلیقی^۱ تأثیر بگذارد. آنها گزارش کردند که حضور لیگنین سبب فیبریل‌شدن یکنواخت‌تر و تولید الیاف کوچک‌تر می‌شود و این موضوع می‌تواند سبب کاهش کدری و بهبود شفافیت سوسپانسیون شود [۱۰]. از سوی دیگر، Wakabayashi و همکاران (۲۰۲۰) در بررسی نانوفیبریل اکسیدشده با TEMPO به این نتیجه رسیدند که با افزایش درجه فیبریل‌اسیون، کدری سوسپانسیون به‌طور چشمگیری کاهش یافته و این کاهش ارتباط مستقیم با افزایش شفافیت نوری و بهبود خواص مکانیکی فیلم‌های تولیدی دارد [۱۱]. مزیت این تکنیک ارزیابی، بررسی شرایط کلی سوسپانسیون است و برآیندی از اثر وضعیت ابعاد قطری نانوالیاف و پراکنش آن است. نتیجه این برآیند، برخلاف برخی روش‌های میکروسکوپ الکترونی، وابسته به اپراتور نیز نیست [۸، ۹]. بنابراین، روش‌های عیارسنجی و شناسایی ارزان‌تر، آسان‌تر و قابل استفاده برای کنترل کیفیت درجات مختلف نانوفیبریل و شناخت ویژگی‌های آنها در فرآیند تولید ضروری می‌باشد. اما از سوی دیگر، در هر یک از روش‌ها، قابلیت ارزیابی انواع سوسپانسیون نانوفیبریل‌ها، نظیر لیگنوسلولز نانوفیبریل حاوی لیگنین (به رنگ قهوه‌ای) باید امکان‌پذیر باشد. بنابراین، در این تحقیق چند نوع سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل تولید شد و از شاخص سنجش کدورت سوسپانسیون برای عیارسنجی انواع نانوالیاف تولیدی استفاده شد. سپس، نتایج به‌دست‌آمده با روش‌های عیارسنجی متداولی مانند مقاومت کششی فیلم تولیدی و همچنین، نتایج بازده نانوفیبریل‌اسیون مقایسه شد تا در خصوص ارزیابی سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل تولیدی تحلیل لازم انجام شود. نتایج به‌دست‌آمده می‌تواند در زمینه مقایسه و تحلیل کیفیت نانوالیاف و اثر مواد اولیه، پیش‌تیمارها و عوامل مختلف بر ویژگی‌های آن و نیز ارزیابی و کنترل فرآیند مفید واقع شود.

^۱Suspension

۲. روش‌شناسی پژوهش

۲-۱. تولید الیاف لیگنوسلولزی مصرفی

با هدف تهیه و تولید سه نوع لیگنوسلولز نانوفیبریل (نانوالیاف لیگنوسلولزی با روش فیبریل‌شدن مکانیکی)، خمیر کاغذ با مقادیر مختلف لیگنین حاصل از الیاف چوب صنوبر با استفاده از فرآیند خمیرسازی شیمیایی تهیه شد. به همین منظور به عنوان شرایط تولید خمیر کاغذ، سولفیدیت^۱ ۲۵ درصد، نسبت مایع پخت به وزن خشک خرده‌چوب ۶ به ۱، دمای پخت ۱۷۰ درجه سانتی گراد، قلیائیت فعال ۱۴ درصد (نسبت به وزن خشک الیاف) و زمان ۱۲۰ دقیقه (برای خمیر کرافت معمولی؛ بازده: ۴۵ درصد) و ۳۰ دقیقه (برای خمیر کرافت با بازده بیشتر: ۵۰ درصد) در نظر گرفته شد. برای تولید لیگنوسلولز نانوفیبریل حاوی ۱۲/۶ درصد لیگنین (NF-L12.6) از خمیر کرافت با بازده بیشتر (کاپای بیشتر) و برای لیگنوسلولز نانوفیبریل حاوی ۶/۶ درصد لیگنین (NF-L6.6) از خمیر کرافت معمولی استفاده شد. همچنین، برای تولید سلولز نانوفیبریل شده حاوی ۰/۳ درصد لیگنین (NF-L0.3)، از فرآیند رنگبری با حذف لیگنین برای تولید خمیر کاملاً رنگبری شده استفاده شد. این فرآیند شامل سه مرحله تیمار با هیپوکلریت سدیم (NaClO) و در مرحله استخراج قلیایی با استفاده از هیدروکسید سدیم (NaOH) انجام شد. غلظت خمیر در تمام مراحل ۱۰ درصد (براساس وزن خشک الیاف) و زمان رنگبری ۴۵ دقیقه بود. مقدار هیپوکلریت سدیم برای مراحل رنگبری به ترتیب ۳، ۵ و ۱۰ درصد (براساس درصد وزن خشک الیاف) و pH بین ۹-۱۰ تنظیم شد. علاوه بر این، در مراحل استخراج، هیدروکسید سدیم با غلظت ۲ درصد (براساس وزن خشک الیاف) و با حفظ pH بین ۱۱-۱۰ اعمال شد.

۲-۲. تولید سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل

فرآیند تولید سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل با استفاده از دستگاه آسیاب دیسکی تولیدی شرکت Masuko مدل KCA6-2 ساخت کشور ژاپن انجام شد که در آن سرعت چرخش دیسک‌ها ۱۸۰۰ دور در دقیقه و تعداد دفعات عبور سوسپانسیون حاوی یک درصد الیاف از دستگاه چهار چرخه در نظر گرفته شد. پس از تولید، ژل‌های NF-L0.3 (لیگنوسلولز نانوفیبریل حاصل از الیاف رنگبری شده و لیگنین زدایی شده)، NF-L6.6 (حاصل از خمیر الیاف لیگنین و بدون رنگبری) و NF-L12.6 (حاصل از خمیر الیاف حاوی لیگنین دارای بازده زیاد و بدون رنگبری) تهیه شده در دمای کمتر از ۱۰ درجه سانتی گراد در یخچال نگهداری شد. سپس، به منظور ارزیابی بازده فرآیند نانوفیبریل‌اسیون، از روش گرانشی (براساس نیروی گریز از مرکز و ته‌نشین‌سازی ذرات سنگین) استفاده شد. بدین منظور، سوسپانسیون‌های لیگنوسلولز نانوفیبریل تا ۰/۰۲ درصد وزنی رقیق شده و سپس در ۱۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفیوژ شدند تا اجزای بزرگ ته‌نشین شوند. در نهایت غلظت قبل و بعد از سانتریفیوژ به عنوان بازده فرآیند نانوفیبریل‌اسیون مقایسه شد [۱۲]. اندازه‌گیری این شاخص حداقل با سه بار تکرار انجام شد (شکل ۱).

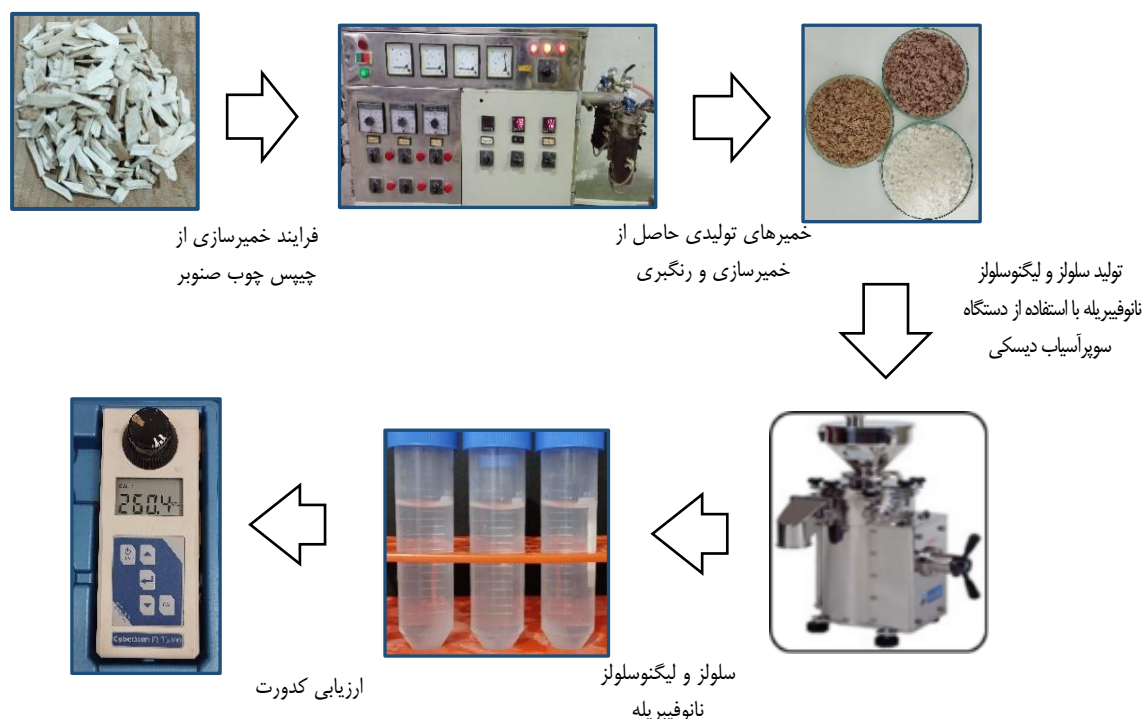
۲-۳. ارزیابی ترکیبات شیمیایی

برای تعیین ترکیب شیمیایی نمونه‌ها، مقدار لیگنین نامحلول در اسید براساس شیوه‌نامه TAPPI T222 om-98 و مقدار لیگنین محلول در اسید طبق روش TAPPI 1985b (TAPPI UM-250 اندازه‌گیری شد. همچنین میزان خاکستر با استفاده از دستورالعمل TAPPI T204 om-88 تعیین شد. درجه بسپارش (DP) سلولز نیز مطابق روش ارائه‌شده در TAPPI T230 om-04 مورد ارزیابی قرار گرفت، بدین منظور از کوپری‌اتیلن‌دی‌آمین (CED) به عنوان حلال سلولزی و ویسکومتر کاپیلاری در دمای ثابت ۲۵ درجه سانتی گراد استفاده شد. تمامی آزمون‌ها حداقل سه مرتبه تکرار شد تا دقت و قابلیت اعتماد نتایج حاصل تضمین شود.

۲-۴. اندازه‌گیری کدورت

کدورت سوسپانسیون‌هایی که تا ۰/۱ درصد وزنی رقیق و هم‌زده شده با دستگاه کدورت‌سنج^۱ اندازه‌گیری شد. این آزمایش نور پراکنده شده را در زاویه ۹۰ درجه نسبت به نور فرودی اندازه‌گیری می‌کند. داده‌های اندازه‌گیری شده مستقیماً با شکل و اندازه ذرات و ضریب شکست ماده معلق مرتبط است [۵]. اندازه‌گیری این شاخص حداقل با سه بار تکرار انجام شد.

^۱Turbidimeter



شکل ۱. طرحواره ارزیابی سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبره براساس کدورتی سوسپانسیون

۲-۵. تهیه فیلم

با هدف بررسی و ارزیابی ویژگی‌های نانوالیاف از طریق مقاومت‌های مکانیکی، فیلم حاصل از نانوالیاف سلولزی با گرماژ ۳۰ گرم بر مترمربع با استفاده از تکنیک فیلتراسیون خلأ تهیه شد. به همین منظور، با ایجاد خلأ آب سوسپانسیون تا حد تشکیل یک فیلم تر مکش شد. سپس فیلم تر به همراه کاغذ صافی خارج و بین صفحات فلزی تحت فشار ثابت قرار گرفت. فرآیند خشک شدن در آن در دمای حدود ۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸ ساعت انجام شد.

۲-۶. ارزیابی ویژگی‌های فیلم

۲-۶-۱. سنجش ضخامت فیلم

ضخامت فیلم‌ها با استفاده از میکرومتر دیجیتالی مدل Mitutoyo ID-F125E ساخت کشور ژاپن شد. برای هر نمونه، اندازه‌گیری در چهار نقطه مختلف تکرار شد و میانگین مقادیر به دست آمده به عنوان ضخامت نهایی در تحلیل ویژگی‌های فیلم مورد استفاده قرار گرفت.

۲-۶-۲. اندازه‌گیری ویژگی مکانیکی فیلم

ارزیابی خواص مکانیکی (مقاومت کششی و ازدیاد طول در نقطه شکست) فیلم‌ها براساس استاندارد ASTM D882-02 انجام شد. بدین منظور، نمونه‌ها در ابعاد ۶ سانتی‌متر در ۱ سانتی‌متر آماده‌سازی و به وسیله دستگاه کشش TEXVOL مدل (TVT-300XP) ساخت کشور سوئد با طول دهانه اولیه ۳ سانتی‌متر و سرعت بارگذاری ۱۰ میلی‌متر بر دقیقه با ۵ تکرار اندازه‌گیری شدند.

۲-۶-۳. ارزیابی درصد بلورینگی

بررسی درصد بلورینگی ماده لیگنوسلولزی با استفاده از دستگاه طیف‌سنج اشعه ایکس Herzog, Xpert (آلمان) انجام شد. به همین منظور، طیف‌سنجی تحت شرایط جریان ۴۰ میلی‌آمپر، ولتاژ ۴۰ کیلوولت و اندازه گام ۰/۰۲ درجه بر ثانیه تنظیم و با استفاده از پرتو $\text{Cu K}\alpha$ انجام شد. شاخص بلورینگی (CI) نانو کاغذ سلولزی، براساس رابطه Segal و همکاران (۱۹۵۹) (رابطه ۱) محاسبه شد [۱۳]:

$$CI = \frac{I_{max} - I_{am}}{I_{max}} \times 100 \quad \text{رابطه (۱)}$$

در رابطه بالا، I_{max} = شدت پراش بیشینه متعلق به صفحه (002) و I_{am} = شدت پراش متعلق به بخش آمورف می باشد.

۲-۷. تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

تصویربرداری با استفاده از میکروسکوپ ZEISS, LEO 906 انجام شد. به همین منظور، سوسپانسیون نانوالیاف با درصد خشکی ۰/۰۵ درصد تهیه و یک قطره از آن بر روی توری مسی با پوشش فرموار کربنی (مش ۳۰۰) قرار داده شد. برای بررسی و مطالعه قطر، میانگین قطری و پراکنش آن در نانوالیاف، حداقل ۱۰۰ نانوالیاف در نرم افزار Image J اندازه گیری شد.

۲-۸. تحلیل آماری

با هدف انجام بررسی مناسب تر نتایج تحقیق، علاوه بر ارائه میانگین و انحراف معیار در نمودارها، معنی دار بودن تفاوت ها از طریق تحلیل تجزیه واریانس (One-way ANOVA) و مقایسه میانگین ها با استفاده از آزمون دانکن انجام شد.

۳. یافته های پژوهش و بحث

۳-۱. ارزیابی خصوصیات و ترکیب شیمیایی

ترکیب شیمیایی ماده اولیه مورد استفاده برای تولید لیگنوسلولز نانوفیبریل، با هدف تجزیه و تحلیل ساختار شیمیایی تعیین و در جدول ۱ ارائه شد. براساس نتایج، میزان لیگنین کل، هولوسلولز، خاکستر و درجه بسپارش سلولز برای خمیر کرافت رنگبری شده، خمیر کرافت با لیگنین ۶/۶ درصد و خمیر کرافت با لیگنین ۱۲/۶ درصد برآورد شد (جدول ۱). همان طور که نتایج نشان می دهد، بیشترین درصد بلورینگی در الیاف رنگبری شده حاصل شده است. زیرا فرآیند خمیرسازی و رنگبری با حذف کردن لیگنین و سایر بخش های (ساختار کربوهیدرات های) غیر کریستالی (که ساختار بلورین ندارند)، باعث شده است تا بیشترین درصد بلورینگی در نانوالیاف حاصل از آن (NF-L0.3) نتیجه شود (جدول ۱).

جدول ۱. نتایج آنالیز خصوصیات و ترکیب شیمیایی ماده اولیه

نمونه	خاکستر (درصد)	لیگنین کل (درصد)	هولوسلولز (درصد)	درجه بسپارش (DP)	کد نانوالیاف تولیدی	درصد بلورینگی	میانگین قطری لیگنوسلولز نانوفیبریل
خمیر کرافت بازده ۵۰٪	۱±۰/۳	۱۲/۶±۰/۷	۸۶/۴±۱/۷	*	NF-L12.6	۶۸/۶	۳۱/۹±۵/۸
خمیر کرافت بازده ۴۵٪	۱±۰/۰۵	۶/۶±۰/۴	۹۲/۴±۱/۲	*	NF-L6.6	۷۱/۹	۱۶/۳±۱/۲
خمیر کرافت رنگبری شده	۱±۰/۰۸	۰/۳±۰/۰۵	۹۸/۲±۱/۵	۶۳۷	NF-L0.3	۷۳/۷	۲۰/۴±۲/۱

*: براساس شیوه نامه استاندارد، ارزیابی درجه بسپارش ماده لیگنوسلولزی با لیگنین کمتر از سه درصد صحیح می باشد، بنابراین ارزیابی درجه بسپارش برای این میزان لیگنین قابل استناد نیست.

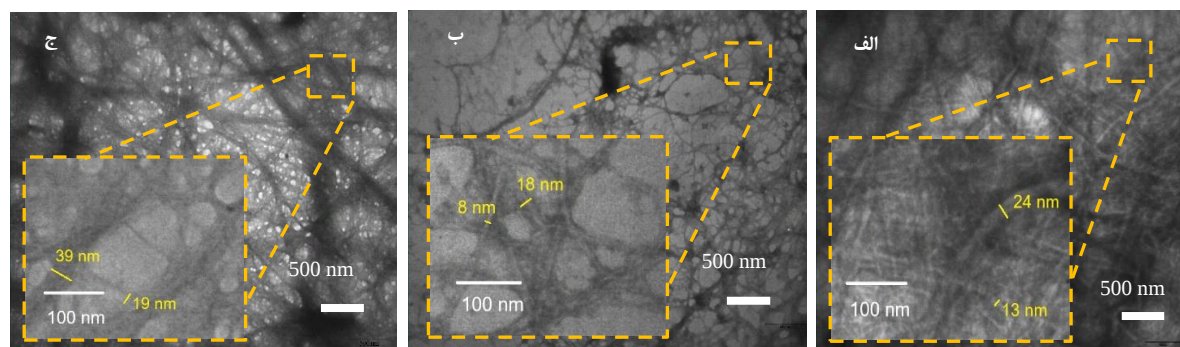
همچنین نتایج تحلیل آماری داده های شاخص های کدري، بازده نانوفیبریلایون و مقاومت کششی، در جدول ۲ ارائه شده است. نتایج نشان می دهد، در هر سه شاخص مذکور، تفاوت ها به لحاظ آماری معنی دار بوده اند، بنابراین، آزمون مقایسه میانگین ها به روش دانکن انجام شد که نتیجه گروه بندی ها در نمودار مربوط به هر شاخص نمایش داده شده است.

۳-۲. بررسی ظاهری و قطری نانوالیاف

تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری در شکل ۲ ارائه شده است. به طور نمونه در هر تصویر، قطر دو نقطه از لیگنوسلولز نانوفیبریل مشخص شده است و نتایج میانگین قطری در جدول ۱ ارائه شد.

جدول ۲. جدول نتایج تجزیه واریانس

شاخص مورد بررسی	درجه آزادی	مجموع مربعات	میانگین مربعات	میانگین مربعات خطای آزمایشی	F	احتمال (درصد)
بازده نانوفیبریلایسیون	۲	۷۵۳	۳۷۶/۵	۲/۴	۱۵۴/۱	<۰/۱
شاخص کدورت	۲	۱۹۹۵۸	۹۹۷۹	۱۴۲	۷۰/۰۵	<۰/۱
مقاومت کششی	۲	۸۲۱/۹	۴۱۰/۹	۱۲/۳	۳۳/۲۹	<۰/۱



شکل ۲. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانوالیاف تولیدی، الف. NF-L0.3؛ ب. NF-L6.6 و ج. NF-12.6

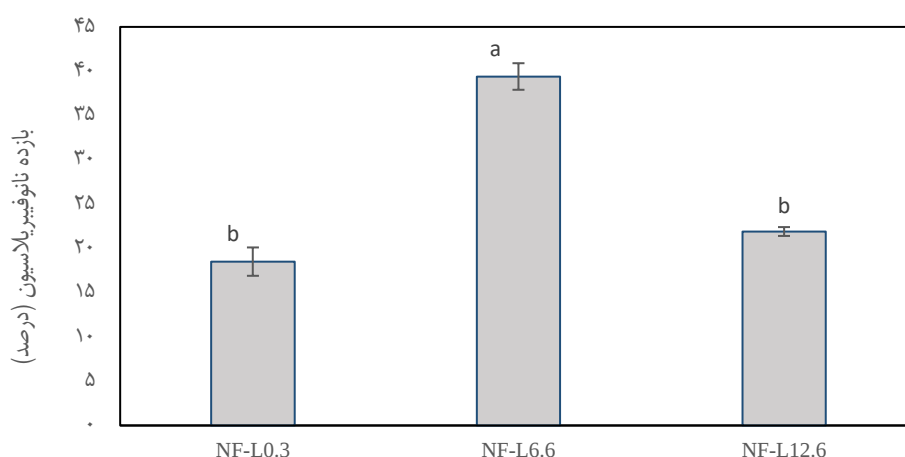
همان‌طور که در تصاویر مشاهده می‌شود، هرچند بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی، یکی از اولیه‌ترین ارزیابی‌ها در بررسی کیفیت سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل می‌باشد، اما در عمل با توجه به اینکه تصاویر میکروسکوپی بخش‌های بسیار کوچک و محدودی از کل نمونه را نشان می‌دهند، شاید این تصاویر نتوانند به‌خوبی معرف تمام سوسپانسیون لیگنوسلولز نانوفیبریل (نانوالیاف لیگنوسلولزی فیبریل شده به روش مکانیکی) باشند و تفاوت در ویژگی‌ها را نشان دهند. از سوی دیگر، با توجه به اینکه اغلب، محاسبه میانگین براساس اندازه‌گیری قطر نانوالیاف توسط اپراتور دستگاه می‌باشد، اینکه چه درصدی از نمونه‌های درشت‌تر و یا ریزتر اندازه‌گیری شده و در میانگین‌گیری دخالت داده شود، می‌تواند بر نتیجه به‌دست آمده تأثیر بگذارد. البته برای رفع این معضل، بهره‌گیری از نرم‌افزارهای تحلیل تصاویر پیشنهاد می‌شود. اما، علاوه بر این نکته، هزینه دستگاه و تصویربرداری نیز مانع از تصویربرداری گسترده برای نمونه‌ها و شرایط متعدد می‌شود. بر همین اساس، با هدف ارزیابی‌های گسترده‌تر، جامع‌تر، ارزان‌تر و در دسترس‌تر، شاخص‌های ارزیابی متفاوتی ارائه شده‌اند که در این پژوهش نیز برخی از شاخص‌های متداول مطالعه و نتیجه آنها مورد تحلیل و مقایسه قرار گرفت.

۳-۳. بازده فرآیند نانوفیبریلایسیون

نتایج بازده نانوفیبریلایسیون در شکل ۳ و نتایج تحلیل آماری آن در جدول ۲ ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود بازده نانوفیبریلایسیون رابطه خطی نسبت به مقدار لیگنین نشان نمی‌دهد. بازده نانوفیبریلایسیون از ۱۸/۵ درصد در نمونه NF-L0.3 به حداکثر مقدار یعنی ۳۹/۴ درصد در نمونه NF-L6.6 افزایش یافته و تفاوت معنی‌دار آماری با دو نمونه دیگر داشته است. اما پارامتر در نمونه NF-12.6 به ۲۱/۹ درصد کاهش یافته است. این روند بیانگر آن است که حضور مقدار متوسطی از لیگنین می‌تواند فرآیند نانوفیبریلایسیون را تسهیل کند، در حالی که مقدار لیگنین بیشتر، اثر بازدارنده داشته است.

در خصوص تأثیر لیگنین باقیمانده بر بازده نانوفیبریلایسیون مکانیکی، نظرات و نتایج مختلفی ارائه شده است. برخی پژوهش‌ها، مقدار زیاد لیگنین را مطلوب و در برخی دیگر نامطلوب دانسته‌اند [۱۱، ۱۴، ۱۵]. بر همین اساس، در منابع اخیر به نقش دوگانه لیگنین در نانوفیبریلایسیون مکانیکی اشاره شده است که می‌تواند این فرآیند را تقویت یا مختل کند [۱۶، ۱۷]. لیگنین می‌تواند با تثبیت رادیکال‌های آزاد سلولزی که در طول عملیات مکانیکی تشکیل می‌شوند، از ترکیب مجدد رادیکال‌ها جلوگیری کند و همچنین، به دلیل ماهیت آبگریز، می‌تواند تشکیل پیوند هیدروژنی بین فیبریل‌های سلولز را کاهش دهد و در نتیجه از تجمع نانوفیبریل‌ها جلوگیری کند.

که مجموع این اثرات می‌تواند منجر به بهبود فرآیند جداسازی مکانیکی شود. اما، از سوی دیگر، لیگنین به‌عنوان یک پلیمر با پیوندهای عرضی متعدد و ساختار سه‌بعدی بزرگ در ماتریس لیگنوسلولزی است که نانوفیبریل‌ها را احاطه کرده و بنابراین برخی پژوهشگران اشاره داشته‌اند که لیگنین با احاطه کردن نانوفیبریل‌ها به‌عنوان مانعی در فرآیند نانوفیبریلاسیون عمل می‌کند [۱۶]. بنابراین، چنانکه در برخی پژوهش‌ها نیز اشاره شده است [۱۶، ۱۷]، به‌نظر می‌رسد مقدار متوسطی از لیگنین در NF-L6.6 در جلوگیری از تجمع فیبریل‌ها بهینه عمل کرده است. در حالی که با افزایش مقدار لیگنین در NF-L12.6، خاصیت سیمانی آن غالب شده و از جداسازی مکانیکی فیبریل‌ها جلوگیری نموده که در نتیجه منجر به کاهش بازدهی نانوفیبریلاسیون شده است.



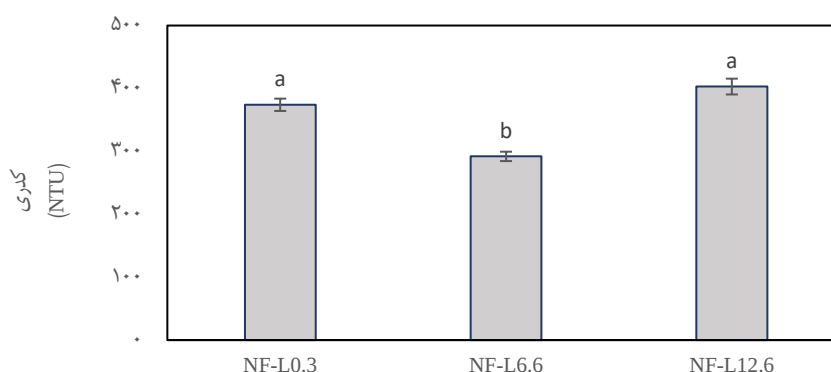
شکل ۳. بازده نانوفیبریلاسیون در سوسپانسیون‌های لیگنوسلولز نانوفیبریل تولیدی (حروف لاتین، گروه‌بندی آماری را نشان می‌دهد)

۳-۴. شاخص کدورت

نتایج به‌دست آمده از کدورت‌سنجی نمونه‌های سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل تولید شده در شکل ۴ مشاهده می‌شود. همچنین نتایج تحلیل آماری آن پیش از این در جدول ۲ ارائه شد که نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار بین انواع لیگنوسلولز نانوفیبریل تولیدی می‌باشد. نتایج نشان می‌دهد کمترین کدورت در NF-L6.6 و بیشترین کدورت در NF-L12.6 به‌دست آمده است؛ البته اختلاف بین داده‌های کدورت برای NF-L0.3 و NF-L12.6 به‌لحاظ آماری معنی‌دار نبوده است. شاخص کدورت به‌مقدار نوری اشاره دارد که توسط حضور فیبرهای کم فیبریل شده (میکروفیبریل‌ها و درشت‌تر) پراکنده می‌شود. مقدار شاخص کدورت به اندازه و ابعاد ماده مرتبط است. اگر سوسپانسیون فقط از مواد نانومقیاس تشکیل شده باشد، مقدار شاخص کدورت نزدیک به صفر است. با این حال، حضور مواد بزرگ‌تر از نانو مقیاس در سوسپانسیون سبب افزایش کدورت می‌شوند [۵، ۱۸]. در پژوهش دیگری، عبور نور به‌عنوان گزینه‌های خوبی برای نظارت آسان بر نانوفیبریلاسیون در طول تولید صنعتی معرفی شده است که اندازه‌گیری آن، سریع، آسان و با امکان اجرای آنلاین می‌باشد. نتایج پژوهش مذکور نشان داد که کدورت به‌طور معکوس با بازده نانوفیبریلاسیون همبستگی دارد، بنابراین با تولید نانوذرات با ابعاد کوچک‌تر، کدورت کاهش می‌یابد. با توجه به این ویژگی‌ها و نحوه کاربرد شاخص کدورت و عبور نور، این شاخص به‌عنوان گزینه مناسبی برای نظارت آسان بر نانوفیبریلاسیون در طول تولید صنعتی معرفی شده است که اندازه‌گیری آن، ویژگی‌های سرعت، سهولت و امکان اجرای آنلاین را با هم در بر دارد. آنها به این نتیجه رسیدند که کدورت به‌طور معکوس با بازده نانوفیبریلاسیون همبستگی دارد، بنابراین با تولید نانوذرات با اندازه کوچک‌تر، کدورت کاهش می‌یابد [۱۹].

در این پژوهش نیز، با کنار هم قرار دادن نتایج آزمون کدورت‌سنجی و بازده نانوفیبریلاسیون، می‌توان این‌طور نتیجه گرفت که مقادیر کم لیگنین باقیمانده در NF-L6.6، موجب کاهش کدورت نسبت به NF-L0.3 که بدون لیگنین بوده (۲۹۲ در برابر ۳۷۴) شده است. این حضور حداقلی لیگنین در فرآیند تولید، مانع تجمع مجدد نانوفیبریل‌ها شده است و در نتیجه به پیشرفت فرآیند نانوفیبریلاسیون کمک نموده است. درنهایت، پراکندگی نور کمتری نتیجه شده و شاخص کدورت کاهش یافته است. افزایش مجدد شاخص کدوری در NF-L12.6 نشان می‌دهد که مقدار بیشتری از رشته‌های درشت‌تر در سوسپانسیون وجود دارد. به‌عبارت دیگر،

مقدار لیگنین زیاد، با مانع شدن و مهار کردن فرآیند نانو فیبریلایسیون و یا حضور لیگنین به صورت میکروفیبریل‌های پراکنده کننده نور موجب افزایش کدری تا ۴۰۳ واحد (۳۸ درصد افزایش نسبت به ۲۹۲ واحد) شده است.



شکل ۴. پارامتر کدری در سوسپانسیون‌های حاصل از NF-L0.3، NF-L6.6 و NF-L12.6 (حروف لاتین، گروه‌بندی آماری را نشان می‌دهد)

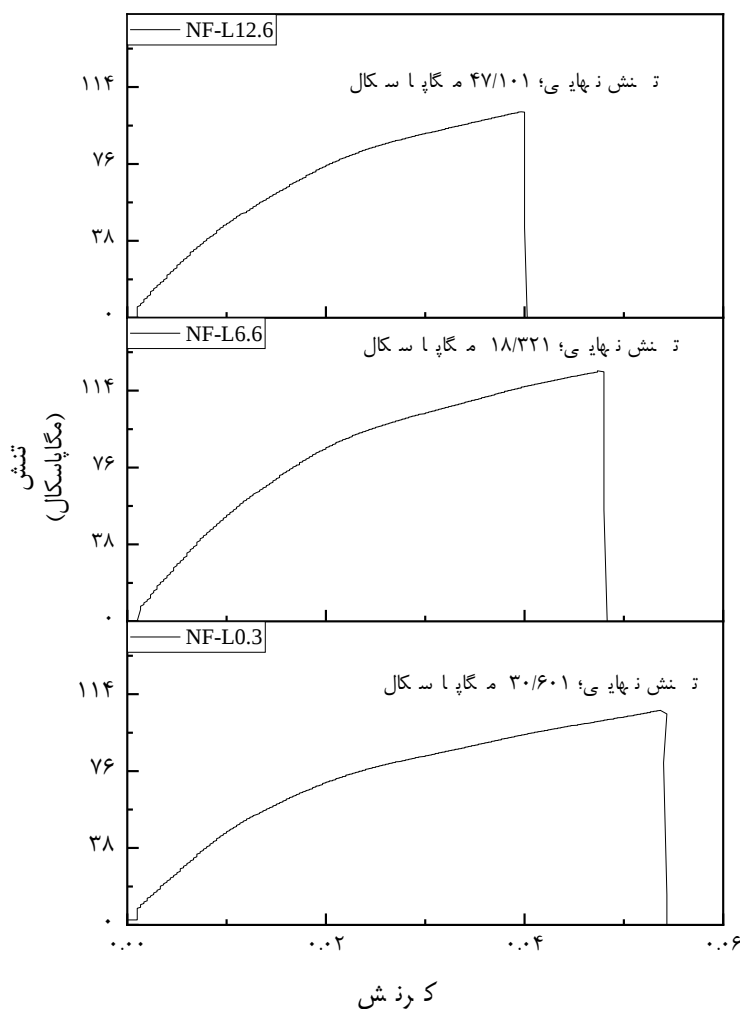
۳-۵. خواص مکانیکی

خواص مکانیکی به عنوان یکی از پارامترهای متداول در ارزیابی مقاومت فیلم در شکل ۵ مورد مقایسه قرار گرفت. جدول ۲ نیز اختلاف معنی‌دار آماری بین مقاومت کششی فیلم‌های حاصل از نانوالیاف لیگنوسلولزی را نشان داد. مقادیر مقاومت کششی (TS)، در NF-L0.3، NF-L6.6 و NF-L12.6 به ترتیب ۱۰۶/۰۳، ۱۲۳/۸۱ و ۱۰۱/۷۴ مگاپاسکال به دست آمد. مقدار مقاومت کششی در NF-L6.6 (با مقدار ۱۲۳/۸۱ مگاپاسکال) نسبت به دو نوع لیگنوسلولز نانوفیبریل دیگر تفاوت معنی‌داری داشته است که آن را می‌توان به بهبود فرآیند نانوفیبریل شدن نسبت داد؛ چنان‌که پیش از این توضیح داده شد، موضوع نانوفیبریل شدن بهتر به صورت مشابهی باعث ایجاد تفاوت معنی‌دار آماری در داده‌های مربوط به بازده نانوفیبریل شدن و شاخص کدری شده بود. این موضوع منجر به مقدار بیشتری فیبریل‌های نانومقیاس شده و فیبریل‌های کوچکتر، شبکه‌ای متراکم‌تر با سطح تماس بیشتر ایجاد کرده‌اند که سبب ساختار یکنواخت‌تر و متراکم‌تر فیلم و افزایش مقاومت کششی آن شده است. در چندین پژوهش گزارش شده است که نانوفیبریل دارای لیگنین باقیمانده کم، سطح ویژه و اتصال بیشتری را ایجاد می‌کند که به متراکم شدن ساختار سلولز نانوفیبریل کمک می‌نماید [۵، ۱۵]. آنها به نقش لیگنین در بهبود نانوفیبریلایسیون اشاره داشته‌اند که می‌تواند پس از اعمال نیروهای برشی در هنگام فیبریلایسیون، رادیکال‌های مکانیکی سلولز را از بین ببرد. علاوه بر این، ماهیت آبریز لیگنین با پیوندهای هیدروژنی احتمالی بین نانوفیبریل‌ها تداخل می‌کند، از تجمع نانوفیبریل‌ها جلوگیری می‌کند و فیبریلایسیون را تسهیل می‌کند. همچنین، برخی پژوهش‌ها بیان کرده‌اند که لیگنین با توجه به ماهیت آمورف خود می‌تواند به عنوان ماده چسباننده بین نانوالیاف عمل نموده و فاصله‌ها و شکاف‌های موجود در ساختار شبکه لیگنوسلولز نانوفیبریل را پر کرده و اثر تقویت‌کنندگی داشته باشد [۵، ۱۵].

از سوی دیگر، برخی از پژوهش‌ها بیان کرده‌اند که مقدار زیاد لیگنین (دارای ساختار سخت و آبریز) باعث می‌شود که با در بر گرفتن دسته‌های فیبریلی، مانع از فیبریل شدن مکانیکی مناسب شده و باعث تولید نانوفیبریل‌های نسبتاً ضخیم گردد. همچنین، آبریزی لیگنین از تورم فیبر در سوسپانسیون برای فیبریل شدن بهتر جلوگیری می‌کند. به علاوه، لیگنین زیاد می‌تواند مانع تشکیل پیوندهای هیدروژنی بین فیبریل‌های سلولزی شود. از آنجا که این پیوندها برای ویژگی مکانیکی فیلم‌های سلولزی بسیار مهم هستند، اختلال در آنها می‌تواند منجر به کاهش مقاومت کششی شود [۱۶، ۲۰]. بنابراین به هر ترتیب، نتایج این تحقیق نشان داد، مقاومت کششی فیلم‌ها توسط تعادل بین اثر مثبت مقدار لیگنین متوسط بر نانوفیبریلایسیون و اثر منفی مقدار لیگنین بالاتر بر پیوند بین فیبریلی و چگالی فیلم کنترل می‌شود. مقدار بهینه لیگنین می‌تواند بازده نانوفیبریلایسیون و مقاومت کششی را به حداکثر برساند، اما فراتر رفتن

¹ Tensile strength

از این حد بهینه منجر به تضعیف مقاومت فیلم‌ها می‌شود. همچنین، بررسی نتایج مقاومت کششی، اختلاف حدود ۲۱/۷٪ بین نمونه دارای بیشترین و کمترین مقاومت به کشش را نشان می‌دهد. مقایسه بین مقاومت به کشش فیلم حاوی بیشترین مقدار لیگنین و فیلم حاصل از نانوالیاف کاملاً رنگبری شده، نشان می‌دهد که هرچند NF-L0.3 شاخص نانوماده کمتری دارد اما در مقایسه با NF-L12.6 مقاومت کششی بیشتری داشته است. احتمالاً این نتیجه می‌تواند به دلیل اثر مقدار زیاد لیگنین باشد که با ذات آبگریز خود باعث تضعیف پیوندهای هیدروژنی در ساختار فیلم شده است. از سوی دیگر، هرچند NF-L6.6 دارای مقداری لیگنین بوده است، اما نتایج نشان می‌دهند که اثر مثبت لیگنین بر بهبود نانوفیبریل‌اسیون بیشتر از اثر منفی آن بر پیوندهای هیدروژنی بوده و بنابراین مقاومت کششی ۱۳۳/۸ مگاپاسکال که بیشتر از سایر انواع لیگنوسلولز نانوفیبریل بوده، به دست آمده است. به علاوه، شکل ۴، نتایج آزمون ازدیاد طول در نقطه شکست (EAB) را نشان می‌دهد که میزان تغییر طول نمونه تا نقطه تنش نهایی است. همان‌طور که در شکل ۴ مشاهده می‌شود، NF-L0.3 دارای بیشترین میزان EAB، ۵/۰۳ درصد و NF-L12.6 دارای کمترین میزان EAB، ۳/۹۰ درصد و همچنین NF-L6.6 دارای EAB، ۴/۷۳ درصد بوده است. در مجموع می‌توان نتیجه گرفت که لیگنین، تردی و شکنندگی فیلم لیگنوسلولز نانوفیبریل را افزایش داده که منجر به کاهش ازدیاد طول در نقطه شکست شده است. به بیان دیگر، لیگنین می‌تواند تحرک زنجیره‌های سلولزی را محدود کند و این مسئله موجب شده است که نانوالیاف در کنار یکدیگر، انعطاف‌پذیری کمتری داشته باشند و در نتیجه فیلم‌های حاوی لیگنین زیاد، کمترین ازدیاد طول در نقطه شکست را داشتند.



شکل ۵. مقایسه ازدیاد طول در نقطه شکست در فیلم‌های حاصل از NF-L12.6 و NF-L6.6، NF-L0.3

¹Elongation at Break

۴. نتیجه‌گیری

در این تحقیق با هدف بررسی تفاوت‌های سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل و بررسی اثر آن بر شاخص کدري سامانه تعلیق، چندین نوع لیگنوسلولز نانوفیبریل تولید شد. برای این بررسی، چند شاخص (مقاومت به کشش، کدري و درصد ماده نانومقیاس) مدنظر و مبنای عیارسنجی و مقایسه لیگنوسلولزهای نانوفیبریل قرار گرفت.

پارامترهای مکانیکی (مقاومت به کشش فیلم و ازدیاد طول در نقطه شکست) فیلم به‌عنوان یکی از روش‌های متداول برای ارزیابی کیفیت نانوفیبریل تولیدی بررسی شدند. در این روش علاوه بر صرف وقت بسیار، خطاهای متعدد در نحوه تولید فیلم و اندازه‌گیری، حداکثر تفاوت ویژگی‌ها بین کمترین و بیشترین مقدار، در حد ۲۰ درصد برآورد شد.

از سوی دیگر، همین تفاوت، از طریق شاخص کدري به‌عنوان یک شاخص مهم در ارزیابی کیفیت فرآیند تولید سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل مورد بررسی قرار گرفت. حداکثر تفاوت بین کمترین و بیشترین مقدار با استفاده از معیار کدري سامانه تعلیق، ۳۸ درصد برآورد شد که قابلیت مناسب‌تر شاخص کدري برای عیارسنجی را نشان داد. هرچند، بررسی قابلیت عیارسنجی شاخص کدري در مقادیر لیگنین زیاد، به انجام پژوهش‌های گسترده‌تر در محدوده لیگنوسلولز نانوفیبریل دارای مقادیر زیاد لیگنین نیاز دارد. به‌علاوه، بازده نانوفیبریل شدن که درصد ماده نانومقیاس در سوسپانسیون را مشخص می‌نمود، به‌عنوان معیاری مستقیم از میزان پیشرفت فرآیند نانوفیبریل‌اسیون مورد بررسی قرار گرفت. در مقابل، شاخص کدورت، بازتابی از میزان پراکندگی، همگنی و اندازه فیبریل‌ها در سوسپانسیون بود و به‌طور غیرمستقیم کیفیت نانوفیبریل‌اسیون و ریزساختار حاصل را مشخص نمود. به‌همین دلیل، پایش همزمان این دو پارامتر توانست تصویر جامع و قابل اعتمادتری از وضعیت فرآیند نانوفیبریل شدن ارائه دهد و به بهینه‌سازی شرایط تولید و تضمین یکنواختی محصول کمک کند. بنابراین، کدورت با روش مبتنی بر طیف‌سنجی نور مرئی، به عنوان روشی نسبتاً سریع، کم‌هزینه و غیرمخرب انجام شد و با توجه به این‌که نیازمند تجهیزات پیچیده یا آماده‌سازی خاص نمونه نمی‌باشد، می‌توان این شاخص (شاخص کدري) را به‌عنوان یک ابزار ارزیابی و بررسی روند نانوفیبریل شدن حتی در فرآیندهای صنعتی و برخط پیشنهاد داد. همچنین، در مقایسه با روش‌های پرهزینه و زمان‌بر مانند ارزیابی تصاویر میکروسکوپ الکترونی، شاخص کدورت مزیت ویژه‌ای در بررسی فرآیند نانوفیبریل شدن داشت که همزمان با سادگی، توانست تصویر جامع و کلی از پیشرفت و کیفیت تولید سلولز و لیگنوسلولز نانوفیبریل را به‌ویژه در مقادیر لیگنین کم ارائه دهد.

تقدیر و تشکر

این اثر تحت حمایت مادی بنیاد ملی علم ایران برگرفته شده از طرح شماره ۴۰۱۴۱۹۷ انجام شده است.

۵. منابع

- [1] Schmidt, C., Krauth, T. & Wagner, S. (2017). Export of plastic debris by rivers into the sea. *Environmental Science & Technology*, 51(21), 12246-12253.
- [2] Shaghaleh, H., Xu, X. & Wang, S. (2018). Current progress in production of biopolymeric materials based on cellulose, cellulose nanofibers, and cellulose derivatives. *RSC Advances*, 8(2), 825-842.
- [3] Nechyporchuk, O., Belgacem, M.N. & Bras, J. (2016). Production of cellulose nanofibrils: A review of recent advances. *Industrial Crops and Products*, 93, 2-25.
- [4] Antony Jose, S., Cowan, N., Davidson, M., Godina, G., Smith, I., Xin, J. & Menezes, P. L. (2025). A comprehensive review on cellulose Nanofibers, nanomaterials, and composites: Manufacturing, properties, and applications. *Nanomaterials*, 15(5), 356.
- [5] Espinosa, E., Rol, F., Bras, J. & Rodríguez, A. (2020). Use of multi-factorial analysis to determine the quality of cellulose nanofibers: Effect of nanofibrillation treatment and residual lignin content. *Cellulose*, 27(18), 10689-10705.
- [6] Desmaisons, J., Boutonnet, E., Rueff, M., Dufresne, A. & Bras, J. (2017). A new quality index for benchmarking of different cellulose nanofibrils. *Carbohydrate Polymers*, 174, 318-329.

- [7] Balea, A., Fuente, E., Tarrés, Q., Pèlach, M.À., Mutjé, P., Delgado-Aguilar, M., Blanco, A. & Negro, C. (2021). Influence of pretreatment and mechanical nanofibrillation energy on properties of nanofibers from Aspen cellulose. *Cellulose*, 28(14), 9187-9206.
- [8] Lizumi, Y., Kato, Y. & Okazaki, T. (2025). Particle size and porosity measurements of cellulose nanofibers in slurries using centrifugal sedimentation. *Cellulose*, 32(3), 1597-1605.
- [9] Ämmälä, A., Sirviö, J. A., Laitinen, O., Liimatainen, H., Evikari, O., Siljander, S. & Björkqvist, T. (2025). Apparent specific surface area as an indicator of the degree of cellulose microfibrillation. *Cellulose*, 32(2), 797-809.
- [10] Brännvall, E. & Aulin, C. (2022). CNFs from softwood pulp fibers containing hemicellulose and lignin. *Cellulose*, 29(9), 4961-4976.
- [11] Wakabayashi, M., Fujisawa, S., Saito, T. & Isogai, A. (2020). Nanocellulose film properties tunable by controlling degree of fibrillation of TEMPO-oxidized cellulose. *Frontiers in Chemistry*, 8, 37.
- [12] Naderi, A., Lindström, T., and Sundström, J. (2015). Repeated homogenization, a route for decreasing the energy consumption in the manufacturing process of carboxymethylated nanofibrillated cellulose. *Cellulose*, 22(2), 1147-1157.
- [13] Segal, L. G. J. M. A., Creely, J. J., Martin Jr, 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(10), 786-794.
- [14] Alborno-Palma, G., Henriquez-Gallegos, S., Ortega-Sanhueza, I., Teruel-Juanes, R., Ribes-Greus, A. & Pereira, M. (2025). Influence of hemicellulose and lignin on the fibrillation efficiency and properties of cellulose nanofibrils from native and oxidized Eucalyptus nitens and Pinus radiata pulps. *Cellulose*, 1-20.
- [15] Yuan, T., Zeng, J., Wang, B., Cheng, Z., & Chen, K. (2021). Lignin containing cellulose nanofibers (LCNFs): Lignin content-morphology-rheology relationships. *Carbohydrate Polymers*, 254, 117441.
- [16] Almeida, R.O., Ramos, A., Kimiaei, E., Österberg, M., Maloney, T.C. & Gamelas, J.A. (2024). Improvement of the properties of nanocellulose suspensions and films by the presence of residual lignin. *Cellulose*, 31(18), 10951-10967.
- [17] Zhang, X., Zhang, L., Fan, Y. & Wang, Z. (2023). The case-dependent lignin role in lignocellulose nanofibers preparation and functional application-A review. *Green Energy & Environment*, 8(6), 1553-1566.
- [18] Dias, M. C., Zidanes, U. L., Martins, C. C. N., de Oliveira, A.L.M., Damásio, R.A.P., de Resende, J.V., de Barros Vilas Boas, E.V., Belgacem, M.N., Tonoli, G.H.D. & Ferreira, S. R. (2022). Influence of hemicellulose content and cellulose crystal change on cellulose nanofibers properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 213, 780-790.
- [19] Moser, C., Lindström, M. E., & Henriksson, G. (2015). Toward industrially feasible methods for following the process of manufacturing cellulose nanofibers. *BioResources*, 10(2), 2360-2375.
- [20] Oliaei, E., Lindén, P.A., Wu, Q., Berthold, F., Berglund, L. & Lindström, T. (2020). Microfibrillated lignocellulose (MFLC) and nanopaper films from unbleached kraft softwood pulp. *Cellulose*, 27(4), 2325-2341.