الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العالي

جامعة الشهيد حمه لخضر – الوادي

كلية التكنولوجيا

مذكرة نهاية الدراسة لنيل شهادة

ماستر أكاديمي

ميدان : التكنولوجيا

شعبة: هندسة الطرائق

تخصص: هندسة كيميائية

من إعداد الطالبات:

بله باسي ايمان

زغوان هاجر

قدوري جباريه

الموضوع

طرق معالجة مختلفة (صديقة للبيئة) لاستخراج ألياف السليلوز النانوية من نفايات الطعام

نوقشت في:2022/06/13

أمام لجنة المناقشة:

د. بن عمر محمد العربي	أستاذ محاضر (ب)	رئيسا	جامعة الوادي
د. حنان فضيل	أستاذ محاضر (ب)	مناقشا	جامعة الوادي
د. همامي هادية	أستاذ محاضر (أ)	مشرفا	جامعة الوادي

الموسم الجامعي:2022/2021

بسم الله الرحمن الرحيم

اهداء

أهدي ثمرة هذا العمل إلى من أفتخر بأبوته وأحمل اسمه **أبي العزيز أحمد**، وإلى من علمتني الصبر والكفاح إلى حبيبتي أمي الغالية **فاطمة** حفضها الله وأطال في عمرها.

إلى أخوتي **اسلام، ومسعود**، وكل الأهل والأقارب، إلى جميع الأصدقاء، إلى كل من عرفته من قريب أو بعيد.

إلى من رفعوا رايات العلم والتعليم أساتذتي الأفاضل .

ايمان

الى مأمني وأماني وايماني وأمتي ومسكني وروحي وراحتي و كلي إلى أحق الناس بصحبتي و إلى التي كانت رفيقتي و مؤنستي والتي أخذت بيدي في أول ايامي الجامعية إلى شمسي التي غابت إلى روح **أمي الطاهرة** والتي أسال الله ان يجمعني بيها في جنات الخلد.

إلى الذي أحمل اسمه بكل فخر أبي إلى إخوتي **حمزة، كلثوم، اشراق، هيام، وأبويكر**، إلى عزوتي خالتي إلى كل عائلتي إلى كل من يحبني في الله إلى كل من تعلمت على يده ولو حرفا إلى كل من ساهم في انجاز هذا العمل من قريب أو بعيد.

جباريه

إلى صاحب السيرة العطرة والفكر المستنير إلى من كان له الفضل الأول في بلوغي التعليم العالي **والدي الحبيب** أطال الله في عمره بالخير.

إلى من وضعتني على طريق الحياة وجعلتني رابط جأش حتى صرت كبيرا **أمي الغالية** أطال الله في عمرها.

إلى سندي في الحياة ومن اشد به أزري ومن سعى لنجاحي في دراستي وكان لي عونا وسندا **زوجي العزيز** حفضه الله لي.

إلى اخوتي واخواتي من كان لهم بالغ الأثر في كثير من العقبات والصعاب.

إلى من رفعوا رايات العلم والتعليم أساتذتي الأفاضل.

هاجر

شكر وعرفان

الحمد والشكر الله الذي رزقنا العقل وحسن التوكل عليه سبحانه وتعالى

وألهمنا الصبر ووفقنا إلى إتمام هذا العمل، والصلاة السلام على نبيه محمد و على آله وصحبه أجمعين وقبل أن نمضي نقدم أسمى آيات الشكر والإمتنان والتقدير والمحبة إلى الذين مهدوا لنا طريق العلم والمعرفة وسهروا من أجل ارتقائنا وفي مقدمتهم الدكتورة الفاضلة **همامي هادية** التي أشرفت على إنجاز هذا العمل، وكانت نورا يضيء الظلمة التي تقف أحيانا في طريقنا، و نشكرها على مجهوداتها ونصائحها القيمة وتوجيهاتها السديدة التي كانت عونا ل في إتمام هذا العمل كله فلها منا فائق الشكر والتقدير.

كما أشكر أعضاء اللجنة المناقشة قبولها لمناقشة هذا العمل بداية برئيسها والمناقشين.

كما أتوجه بأرقى عبارات الشكر والعرفان إلى كل من تقدم لنا بالدعم وخاصة طاقم الأساتذة وأخص بالذكر: **الأستاذة بن عمر الهام، والدكتور بن الصغير البشير.**

الرمز	المعنى
ATR-FTIR	الإنعكاس الكلي المنخفض
IR-Raman	مطيافية رامان
TEM	المجهر الالكتروني للارسال
CNFs	ألياف السليلوز النانوية
HCF-45	فرن
CC	السيليلوز البلوري
%	النسبة المئوية
$NaClO_2$	كلوريت صوديوم
CNF	ألياف السيليلوز
ASTM	اختبار الشد بسرعة إزاحة قياسية
$SC\text{-}CO_2$	عملية ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج
XRD	حيود الأشعة السينية
DSBP	لب بنجر السكر منزوع البكتيريا
MCC	*cellulose microcrystalline*
CNC	البلورات النانوية
RSM	منهجية سطح الإستجابة
OP	اللب القلوي *orange peel*
H_2SO_4	حمض الكبريتيك
HCl	حمض الهيدروكلوريك
NaOH	هيدروكسيد الصوديوم
TEMPO	*2,2,6,6-tetramethyl-1-piperidinyloxy*
NaBr	بروميد الصوديوم
SCB	ألياف قصب السكر
H_2SO_4	حمض الكبريت
FT-IR	جهاز لقياس الخواص السطحية للعينات
PCL	ألياف أوراق الاناناس
H_2O_2	بيروكسيد الهيدروجين
CH_3COOH	حمض الخل
HNO_3	حمض النتريك
BPs	سيقان الموز
MC	اكواز الذرة
H_2SO_4	حمض الكبريت
I_α	نوع تبلور ألياف لفالونيا
I_β	نوع تبلور ألياف M.denticulate
H_3O^+	أيون الهيدرونيوم
HNO_3	حمض النتريك

حمضالفوسفوريك	H_3PO_4
هيدروكسيد الكالسيوم	$Ca(OH_2)$
بيروكسيد العضوي	$C_2H_4O_3,H_2O_2$
الأوزون	O_3
درجة حموضة	pH
عدد ذرات الكربون في سلسلة الألكيل	n
وسط*Hestrin-Schramm*	HS
أساس إيثيل السلولوز	EC
هيدروكسي بروبيل السليلوز	HPC
Cyclohexanone	$C_6H_{10}O$
Anhydroglucose unit	AGU
كربون	C
بيتا	β
هيدروكسيل	OH
مطيافية الأشعة	IR
التحليل بالرنين المغناطيسي النووي	NMR
السليلوز البلوري الدقيق	MCC
النانو السليلوز الليفي	NFC
السليلوز الدقيق الليفي	MFC
المجهر الالكتروني لمسح الانبعاث	FESEM
التحليل الحراري الوزني	TGA
Anthraquinone	AQ
كبريتات المغنزيوم	$MgSO_4$
مطيافية الأشعة المرئية وفوق البنفسجية	UV / Vis
مجهر المسح الالكتروني	SEM
تجانس عالي الضغط	HPH
معامل الإحتمال	p
المردود	DP
قطر	D
طول	L
قصب السكر	SCB
طريقة تصادم العداد المائي	ACC
مجهر القوة الذرية	AFM
cocos nucifera var aurantiaca *ألياف* peduncle	CMFs
cocos nucifera var *ألياف*	CAPFs

النانوية aurantiacapeduncle	
Bisulfite de sodium	$NaHSO_3$
إيثانول	C_2H_5OH
تشتت طاقة التحليل العنصري	EDX
التحليل الوزني الحراري	TGA
تحليل الثبات الحراري	DTG
طاحونة كروية للطرد المركزي	Retsch pm100

الشكل		الصفحة
الجـــزء النظـــري		
الفصـــل الأول: تلخيص دراسات سابقة		
الشكل (1.I)	طرق معالجة استخلاص السيليلوز خلال العشر السنوات الأخيرة	5
الفصل الثاني: مصادر استخلاص السيليلوز		
الشكل (1. II)	صيغة السليلوز	40
الشكل(2.II)	الوحدات البنائية للجنين	40
الشكل(3.II)	مثال لبنية كيميائية للجنين	41
الشكل(4.II)	الصيغة العامة للوحدة البنائية للجنين	42
الشكل(5.II)	البنية الكيميائية للهيموسيليلوز (Glucomannanes)	43
الشكل(6 .II)	بعض المصادر لاستخلاص السيليلوز	44
الشكل (7 .II)	بنية الألياف النباتية (السليلوزية)	46
الشكل(8.II)	أهم طرق استخلاص السيليلوز	49
الشكل (9.II)	هيكل ألياف السيليلوز النانوية	53

العنوان	الصفحة
الإهداء	
التشكرات	
قائمة الرموز	
قائمة الأشكال	
قائمة الجداول	
الفهرس	
المقدمة العامة	1
الجـــزء النظـــري	
الفصـــل الأول: تلخيص دراسات سابقة	
مقدمة	5
I.الدراسة الأولى	6
II.الدراسة الثانية	6
III.الدراسة الثالثة	7
IV.الدراسة الرابعة	8
V.الدراسة الخامسة	9
VI.الدراسة السادسة	9
VII.الدراسة السابعة	10
VIII.الدراسة الثامنة	11
IX.الدراسة التاسعة	11
X.الدراسة العاشرة	12
XI.الدراسة الحادية عشر	12
XII.الدراسة الثانية عشر	13
XIII.الدراسة الثالثة عشر	13
XIV.الدراسة الرابعة عشر	14
XV.الدراسة الخامسة عشر	15
XVI.الدراسة السادسة عشر	15
XVII.الدراسة السابعة عشر	17
XVIII.الدراسة الثامنة عشر	17
XIX.الدراسة التاسعة عشر	17
XX.الدراسة العشرون	18
XXI.الدراسة واحد وعشرون	19
XXII.الدراسة ثانية وعشرون	20
XXIII.الدراسة الثالثة والعشرون	20
XXIV.الدراسة الرابعة والعشرون	21
XXV.الدراسة الخامسة والعشرون	21

مراجع الفصل الأول	23
الفصل الثاني: مصادر استخلاص السيليلوز	
تمهيد	28
II.1.لمحة تاريخية	28
II.2.تعريف السيليلوز	29
II .3.تعريف اللجنين	30
II.4. تعريف الهيموسيليلوز	32
II .5.مصادر مختلفة للسيليلوز	33
II.6. العوامل التي يحتاجها النبات لتصنيع السيليلوز	35
II.7.إنتاج الألياف النباتية السيليلوزية	35
II.7.1. الخلية	36
II.7.2.جدار الخلية	36
II.8.أهم طرق استخلاص السيليلوز	37
II.8.1.الطريقة البيولوجية	37
II.8.2.المعالجة الكيميائية	37
II.8.2.1.المعالجة بالأحماض	37
II.8.2.2.المعالجة بالقواعد	38
II.8.2.3.المعالجة بالعوامل المؤكسدة	38
II.8.2.4.المعالجة بالمذيبات العضويةOrganosolv	38
II.8.2.5.المعالجة بالسوائل الأيونيةIonic liquids	38
II.8.3.المعالجة الفيزيائية	39
II.9.مشتقات السليلوز	40
II.9.1.السليلوز البكتيري	40
II.9.2.أسيتات السليلوز	41
II.9.3.إيثيل سلولوزEC	41
II.9.4.هيدروكسي بروبيل السليلوز(HPC)	41
II.10.الخصائص الفيزيائية والكيميائية للسليلوز	41
II.10.1.الخصائص الفيزيائية للسليلوز	41
II.10.2الخصائص الكيميائية للسليلوز	42
II.11.تعريف النانو سليلوز	43
II.12.أنواع النانوسليلوز	43
II.12.1السليلوز الليفي الدقيق(MFC)	43
II.12.2.النانوسليلوز الليفي (NFC)	44
II.12.3.السليلوز البلوري الدقيق (MCC)	44
II.12.4.بلورات السليلوز النانوية (CNC)	44
II.13.استخدامات السليلوز	44
مراجع الفصل الثاني	47

الفصل الثالث: النتائج والمناقشة	
III.تمهيد	51
1.IIIالدراسة الأولى	51
1.1.III.طريقة العمل	51
2.1.III.النتائج ومناقشتها	52
2.III الدراسة الثانية	53
1.2.III.طريقة العمل	53
2.2.III.النتائج ومناقشتها	53
3.III .الدراسة الثالثة	54
1.3.III.طريقة العمل	54
2.3.III.النتائج ومناقشتها	54
4.III. الدراسة الرابعة	55
1.4.III.طريقة العمل	55
2.4.III.النتائج ومناقشتها	56
5.III. الدراسة الخامسة	56
1.5.III.طريقة العمل	56
2.5.III.النتائج ومناقشتها	57
6.III. الدراسة السادسة	57
1.6.III.طريقة العمل	58
2.6.III.النتائج والمناقشة	59
7.III. الدراسة السابعة	59
1.7.III. طريقة العمل	59
2.7.III.النتائج والمناقشة	60
8.III. الدراسة الثامنة	61
1.8.III. طريقة العمل	61
2.8.III.النتائج والمناقشة	62
9.III. الدراسة التاسعة	62
1.9.III. طريقة العمل	62
2.9.III.النتائج والمناقشة	63
10.III. الدراسة العاشرة	64
1.10.III. طريقة العمل	64
2.10.III.النتائج والمناقشة	64
11.III. الدراسة الحادي عشر	65
1.11.III. طريقة العمل	65
2.11.III.النتائج والمناقشة	66
12.III. الدراسة الثانية عشر	67

III.12.1. طريقة العمل	67
III.12.2.النتائج والمناقشة	68
III.13. الدراسة الثالثة عشر	68
III.13.1. طريقة العمل	69
III.13.2.النتائج والمناقشة	69
III.14. الدراسة الرابعة عشر	70
III.14.1. طريقة العمل	70
III.14.2.النتائج والمناقشة	70
III.15. الدراسة الخامسة عشر	71
III.15.1. طريقة العمل	71
III.15.2.النتائج والمناقشة	72
III.16. الدراسة السادسة عشر	73
III.16.1. طريقة العمل	73
III.16.2.النتائج والمناقشة	74
III.17. الدراسة السابعة عشر	75
III.17.1. طريقة العمل	75
III.17.2.النتائج والمناقشة	76
مراجع الفصل الثالث	77
الخاتمة العامة	81

المقدمة العامة

مقدمة:

السليلوز هو البوليمر الحيوي الأكبر والأكثر استدامة في البيئة و هو مكون رئيسي لجدران الخلايا النباتية الخشبية، السليلوز عبارة عن كربوهيدرات تتكون من سلسلة خطية من جزيئات D- الجلوكوز[1]، وهو ما يمثل حوالي 50% من محتوى الكربون في الكتلة الحيوية ليجنوسليلوز، لذلك اعتبر هذا الجزيء كمصدر مستدام ومتجدد، حظي هذا المركب باهتمام كبير من طرف الباحثين حيث شجعوا على تطوير مواد تعتمد على السليلوز وله عدة مصادر أهمها المخلفات الزراعية، يرجع الإهتمام بدراسة إنتاج السليلوز من المخلفات النباتية [2]إلى خصائصه الفريدة التي تعتمد على المصدر وطرق الإنتاج، المعالجة والتنقية.

ألياف السليلوز النانوية هي نوع من أنواع الألياف التي تحتوي على المناطق البلورية والمناطق غير المتبلورة بأبعاد 5-30 نانومتر، و يتم تصنيع ألياف السليلوز النانوية بشكل شائع من مواد سليلوزية يتم الحصول عليها من مصادر نباتية مختلفة مثل الخشب والقنب والقطن، حيث يتم عزل ألياف السليلوز النانوية عن المواد السليلوزية عن طريق التفريغ الميكانيكي إلى جانب بعض المعالجات الكيميائية أو الأنزيمية لألياف السليلوز ، تم استخدام العديد من التقنيات لاستخراج ألياف السليلوز النانوية من الكتلة الحيوية بما في ذلك التجانس عالي الضغط،الطحن،التبريد، والموجات فوق الصوتية عالية الكثافة، وعملية انفجار البخار ، والغزل الكهربائي ، مزج عالي السرعة ...الخ[3].

لألياف السليلوز النانوية CNFs العديد من التطبيقات مثل تنقية المياه، وتدريع التداخل الكهرومغناطيسي EMI، والسقالات الطبية الحيوية، وهندسة الأنسجة، وأجهزة الإستشعار، والمواد الوظيفية الشفافة بصريًا وما إلى ذلك[3, 4].

احتوت الدراسة على ثلاث فصول:

الفصل الأول: تطرقنا إلى الدراسات السابقة حول الموضوع.

الفصل الثاني: مصادر استخلاص السيليلوز.

الفصل الثالث: طرق العمل، نتائج ومناقشتها.

كخاتمة لمراجعة نظرية توصلنا من خلالها الى اثبات مدى اهمية استغلال المخلفات الزراعية و تحويلها الى مواد ذات اهمية بيولوجية و صناعية بأقل تكلفة و بطرق صديقة للبيئة .

المراجع

المراجع بالأجنبية:

[1] K. Nagarajan, A. Balaji, and N. Ramanujam, "Extraction of cellulose nanofibers from cocos nucifera var aurantiaca peduncle by ball milling combined with chemical treatment," *Carbohydrate polymers*, vol. 212, pp. 312-322, 2019.

[2] L. P. Magagula, C. M .Masemola, M. A. a. Ballim, Z. N. Tetana, N. Moloto, and E. C. Linganiso, "Lignocellulosic Biomass Waste-Derived Cellulose Nanocrystals and Carbon Nanomaterials: A Review," *International Journal of Molecular Sciences*, vol. 23, p. 4310, 2022.

[3] M. Atiqah ,D. A. Gopakumar, O. FAT, Y. B. Pottathara, S. Rizal, N. Aprilia, *et al.*, "Extraction of cellulose nanofibers via eco-friendly supercritical carbon dioxide treatment followed by mild acid hydrolysis and the fabrication of cellulose nanopapers," *Polymers* ,vol. 11, p. 1813, 2019.

[4] R. Khiari, "Valorization of agricultural residues for cellulose nanofibrils production and their use in nanocomposite manufacturing," *International Journal of Polymer Science*, vol. 2017, 2017.

الفصل الأول:

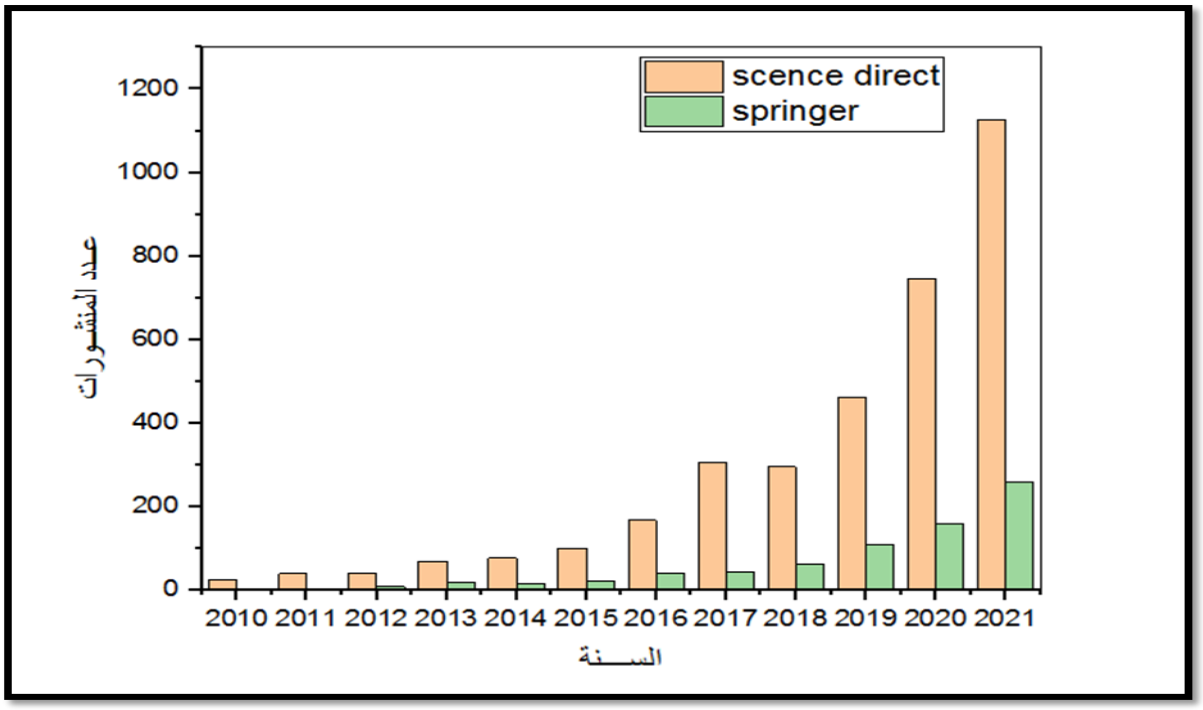
الدراسات السابقة

مقدمة

بسبب الإستخدام المتسارع للمواد المصنعة والغير قابلة للتحلل، وما تسببه من آثار سيئة على الإنسان ومحيطه، ولظروف العالم الإقتصادية أصبح التوجه الآن ضروريا لاستخدام مصادر متجددة وصديقة للبيئة.

والتي تتمثل في استغلال النباتات والأشجار بصورة كلية أو جزئية أو حتى مخلفاتها لأنها تحتوي على عدد كبير من المكونات التي يمكن الاستفادة منها في مجالات عديدة مثل السيليلوز.

السيليلوز هو العنصر الرئيسي في جميع الألياف النباتية تقريبا وهو المادة الأكثر وفرة على سطح الأرض، يهدف هذا الفصل إلى مراجعة حوالي خمسة وعشرون دراسة تمحورت حول استخدامات السيليلوز والنانو سيليلوز لإنتاج مواد كيميائية ذات خصائص جديدة تحمل حلول عملية للكثير من المسائل العلمية كما هو موضح في **الشكل (1.I)**.



الشكل (1.I): طرق معالجة استخلاص السيليلوز خلال العشر السنوات الأخيرة.

تلخيص الدراسات السابقة

I. الدراسة الأولى:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Imane Kouadri ،Hamid Satha

والذي جاء بعنوان:

Extraction and characterization of cellulose and cellulose nanofibers from Citrullus colocynthis seeds

كان الهدف من هذه الدراسة هو استخراج وتحديد السكريات الرئيسية القابلة للذوبان في الماء الموجودة في بذور الحنظل.

لخصت هذه الدراسة إلى ما يلي:

استخلاص السكريات المتعددة غير القابلة للذوبان في الماء من بذور الحنظل (Citrullus colocynthis) بإستخدام عمليتي استخلاص ، الأول يتضمن نزع بروتين بذور الحنظل المطحونة في محلول مائي لهيدروكسيد الصوديوم، ثم تليها استخلاص الدهون في مذيب الكلوروفورم / الميثانول ، أما العملية الثانية تتكون من استخراج المادة الدهنية قبل خطوة نزع البروتين، تم استخدام العديد من التقنيات التحليلية لتحديد السليلوز بإعتباره المركب الرئيسي في المستخلص غير القابل للذوبان في الماء بما في ذلك التحليل الطيفي لـ ATR-FTIR و IR-Raman وانحراف الأشعة السينية و TEM.

ومن خلال هذه الدراسة تم استنتاج أن:

تحليل أطياف الرنين المغناطيسي النووي يظهر أن مستخلص C. colocynthis عبارة عن كتلة حيوية ليجنوسليلوز ، والتي تتكون أساسا من السليلوز اللجنين والهيميسيلولوز قبل العلاج بالتبييض وأن ألياف السيليلوز النانوية تحتوي على بنية إبرة وشبكة ليفية [1].

II.الدراسة الثانية:

بالاستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Alberto Tecante،Sagnite Ventura-Cruz

والذي جاء بعنوان:

Extraction and characterization of cellulose nanofibers from Rose stems (.Rosa spp)

يهدف هذا العمل إلى استكشاف استخدام بقايا سيقان الورد كمصدر لألياف السليلوز النانوية (CNFs) وتم الحصول على CNFs من خلال ما يسمى بالطريقة التقليدية وطريقة جديدة مقترحة في هذه الدراسة.

لخصت هذه الدراسة إلى ما يلي:

جمع سيقان الورد وإزالة الأوراق والبتلات وتم تقطيع السيقان المطهرة وتجفيفها في فرن، ثم غسل جذع الورد المجفف بالماء منزوع الأيونات وتم الاحتفاظ بالخليط تحت التحريك المستمر ثم تجفيف المادة الصلبة في فرن حيث تمت المعالجة القلوية بواسطة هيدروكسيد الصوديوم ، ثم تم تجفيف المادة الصلبة في فرن (HCF-45) ، و تبييض المادة المجففة ، ثم ترشيح التحلل المائي وغسله باستخدام الماء منزوع الأيونات، أما الطريقة المقترحة تتكون من خليط من جذوع الورد المجففة و هيدروكسيد الصوديوم، يتحلل بالماء لمدة 3ساعات ، عند 50درجة مئوية تحت التقليب الميكانيكي المستمر في مفاعل زجاجي ، ثم ترشيح التحلل المائي على ورق ترشيح تغسل المادة الصلبة بالماء المقطر حتى إزالة السائل القلوي، ثم تجفيف المادة الصلبة في فرن ، المادة المجففة تم تبييضها كما في العملية التقليدية.

استنتاجات الدراسة:

تم الحصول على السيليلوز البلوري CC وألياف السيليلوز النانوي CNFsعن طريق التحلل المائي الحمضي للسليلوز المبيض لكلتا العمليتين، يحتوي التركيب الكيميائي لجذع الورد على 71.08%هولوسليلوز، 46.96%ألفاسليلوز، 16.36%لجنين و 1.53%رماد[2].

III.الدراسة الثالثة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Lakshmipriya Ravindran, M.S. Sreekala, Thomas Sabu

والذي جاء بعنوان:

Novel processing parameters for the extraction of cellulose nanofibers (CNF) from environmentally benign pineapple leaf fibers (PALF): Structure-property relationships

يهدف هذا العمل إلى عزل ألياف السليلوز النانوية من الأناناس.

حيث اعتمدت هذه الدراسة على جمع أوراق الأناناس من المصادر المحلية وغسلها وتجفيفها ثم طحنها باستخدام مطحنة خلاط، و تمت معالجتها باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم ، تتكرر العملية مرتين، بعد المعالجة القلوية ، خضعت العينات للتبييض باستخدام محلول أسيتات و $NaClO_2$ يتم تكرار العملية خمس مرات لإزالة اللجنين و هيموسليلوز ، ظهرت العينة المبيضة بيضاء اللون ، أما في المرحلة الثانية تم تجنب استخدام الأحماض القوية للتحلل المائي من أجل الحفاظ على البيئة ، حيث تم استخدام عصير ليمون مخفف بالماء المقطر ويضاف إلى 2 غرام من ألياف أوراق الأناناس المبيضة، ثم

تليها طحن المعلق الغرواني بالكرة في مطحنة وفي الأخير تم الحصول على كريم أبيض مثل الغرواني ويستخدم للتحليل.

استنتاجات الدراسة

وجدت أن الطريقة الخضراء المقترحة اقتصادية ومستدامة بيئيًا لـ إنتاج ألياف السيليلوز عالية الجودة، وأظهرت جميع النتائج المؤيدة أنه تم العثور على تقنيات مفيدة لعزل ألياف السيليلوز CNF دون التسبب في أي ضرر للطبيعة[3].

IV. الدراسة الرابعة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

E. Abraham, B. Deepa, L.A. Pothan, M. Jacob, S. Thomas, U. Cvelbar, R. Anandjiwala

والذي جاء بعنوان:

Extraction of Nano cellulose fibrils from lignocellulosic fibers: A novel approach

كان الهدف من هذه الدراسة هو تطوير عملية بسيطة للحصول على معلق غرواني مائي مستقر لألياف السليلوز النانوية من ألياف ليجنوسليلوز مختلفة.

تمحورت هذه الدراسة حول دراسة ثلاثة ألياف مختلفة: الموز (الجذع)، الجوت (الجذع) ، وألياف أوراق الأناناس، ومن أجل استخلاص السليلوز من هذه الألياف الخام ، تم الإعتماد على تقنية steam explosion إلى جانب المعالجة الكيميائية تضمنت هذه العمليات الإجراءات الكيميائية المعتادة ، أولا الاستخلاص القلوي ، تليلها التبييض ، ثم المعالجة الحمضية ولكن بتركيز خفيف جًدا من المواد الكيميائية، وأخيرا تم تحديد المكونات الكيميائية للألياف في كل خطوة معالجة بواسطة إجراءات ASTMالقياسية .

استنتاجات الدراسة

وفقا لتحليلات المورفولوجية والطيفية والحرارية للألياف ووجد أن عزل ألياف السليلوز النانوية يحدث في الخطوة الأخيرة من مرحلة المعالجة ولديها ثبات حراري محسن لمختلف تطبيقات تكنولوجيا النانو المتقدمة.

يمكن بسهولة عزل النانوسليلوز من ألياف اللجنوسليلوز المختلفة من أصل الألياف الثلاثة المدروسة[4].

V.الدراسة الخامسة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Wenshuai Chen , Haipeng Yu , Yixing Liu ,Yunfei Hai , Mingxin Zhang , Peng Chen

والذي جاء بعنوان:

Isolation and characterization of cellulose nanofibers from four plant cellulose fibers using a chemical-ultrasonic process

الهدف من هذه الدراسة هو عزل ألياف السليلوز النانوي(CNFs) من أربعة أنواع من ألياف السليلوز النباتية عن طريق المعالجة الكيميائية بالموجات فوق الصوتية.

لخصت هذه الدراسة حول:

استخدام الخشب، الخيزران، قش القمح، ألياف الكتان، كألياف السليلوز الأصلية، ثم إجراء التنقية الكيميائية لأنسجة السليلوز النباتية من أربعة مصادر حيث تمت إزالة اللجنين في العينات بواسطة محلول كلوريت الصوديوم المحمض تكررت العملية خمس مرات حتى أصبحت العينات بيضاء، وتمت معالجتها باستخدام هيدروكسيد البوتاسيوم لإزالة الهيميسليلوز والنشا المتبقي والبكتين ومن أجل الحصول على سليلوز عالي النقاء، ثم إجراء العلاج بالموجات فوق الصوتية.

استنتاجات الدراسة

في هذه الدراسة وجد أن التركيب الكيميائي لكل نوع من الألياف النانوية عبارة عن السليلوز بشكل أساسي لأنه تمت إزالة الهيميسليلوز واللجنين بشكل كبير أثناء العملية الكيميائية.

أظهرت النتائج أن:

ألياف السيليلوز النانوية (CNFs) المستخرجة من ألياف قش الخشب والخيزران والقمح ذات أقطار موحدة من 10-40 نانومتر، في حين أن ألياف الكتان لم تكن متجانسة النانو بسبب محتواها العالي من السليلوز و تبلور الألياف النانوية زاد مع تطبيق العلاجات الكيميائية[5].

VI.الدراسة السادسة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Bijan Nasri-Nasrabadi, Tayebeh Behzad, Rouhollah Bagheri

والذي جاء بعنوان:

Extraction and Characterization of Rice Straw Cellulose Nanofibers by an Optimized Chemomechanical Method

الهدف من هذا العمل هو استخدام طريقة كيميائية ميكانيكية لاستخراج ألياف النانو من قش الأرز.

لخصت هذه الدراسة حول:

نقع قش الأرز بطول حوالي 4–5سم في محلول هيدروكسيد الصوديوم، ثم تخضع العينة لتحلل مائي حمضي باستخدام محلول حمض الهيدروكلوريك المخفف لإزالة الهيميسليلوز والمواد غير المتبلورة من السليلوز، ثم تليها مرحلة المعالجة القلوية، تليها التبييض، وأخيرا الصوتية.

استنتاجات الدراسة

أنه بزيادة تركيز الحمض ووقت التحلل المائي ، تزداد تبلور الألياف المستخرجة[6].

VII. الدراسة السابعة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

M. S. Nurul Atiqah , Deepu A. Gopakumar

والذي جاء بعنوان:

Extraction of Cellulose Nanofibers via Eco-friendly Supercritical Carbon Dioxide Treatment Followed by Mild Acid Hydrolysis and the Fabrication of Cellulose Nanopapers

تهدف هذه الدراسة إلى استخلاص ألياف السيليلوز النانوية (CNFs) عبر عملية ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج $SC\text{-}CO_2$.

في هذا العمل تم جمع نبات التيل، ثم فصل ألياف اللحاء عن لبها الداخلي، تليها عزل CNFsعن طريق التحلل الحمضي الخفيف بمساعدة ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج، ثم تم تصنيع ورق السليلوز النانوي باستخدام معلق CNFs المستخرج.

استنتاجات الدراسة

المعالجة عبر عملية ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج $SC\text{-}CO_2$متبوعة بحمض خفيف هو تقنية فعالة لاستخراج CNFs من الكتلة الحيوية النباتية ، وكشف تحليل XRD أن تبلور الألياف تم تحسينه بعد كل معالجة و مؤشر التبلور الذي تم الحصول عليه من الألياف الخام والألياف المعالجة القلوية والألياف المبيضة وألياف السليلوز النانوية كانت 88.4% ، 33.2% ، 54.6 %، و 92.8%على التوالي[7].

VIII.الدراسة الثامنة:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Meng Li, Li-jun Wang, Dong Li, Yan-Ling Cheng

والذي جاء بعنوان:

Preparation and characterization of cellulose nanofibers from de-pectinated sugar beet pulp

الهدف من هذه الدراسة هو عزل ألياف السليلوز عن لب بنجر السكر منزوع البكتيريا (DSBP) باستخدام المعالجات الكيميائية (المعالجة القلوية والتبييض).

خلصت هذه الدراسة إلى ما يلي:

عزل ألياف السليلوز CFs من لب بنجر السكر منزوع البكتريا DSBP حيث تضمنت العلاج القلوي للعينة ثم تليها المعالجة بالتبييض لإزالة اللجنين وأخيرا تم تحضير ألياف السليلوز النانوية.

استنتاجات الدراسة

أن العلاجات الكيميائية تزيل بشكل كبير الهيميسليلوز واللجنين من لب بنجر السكر منزوع البكتريا DSBP وزيادة محتوى السليلوز بشكل كبير [8].

IX. الدراسة التاسعة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثان:

Tong Zhao, Zhongzheng Chen, Xiaorong Lin.

والذي جاء بعنوان:

Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste

تهدف هذه الدراسة إلى تحضير (cellulose microcrystalline) (MCC) من نفايات شاي أولونغ بواسطة المعالجات الكيميائية والتحلل الكيميائي.

خلصت هذه الدراسة إلى ما يلي:

تحضير السليلوز من مخلفات الشاي عن طريق غلي الماء المقطر لمدة سبع مرات لإزالة المكونات القابلة للذوبان ثم تجفيفها ثم يليها التقليب، ويرشح الخليط الناتج بعد ذلك، يتم إضافة محلول $NaClO_2$، ثم إجراء معالجة التبييض وأخيرًا، تم تجفيف السليلوز من نفايات الشاي بالتجميد بالفراغ إلى وزن ثابت وتخزينه في ثلاجة، تليها مرحلة تحضير مخلفات الشاي MCC وذلك بتحلل السليلوز المحضر من نفايات الشاي للحصول علىMCC.

استنتاجات الدراسة

أن التحلل المائي هو أسلوب مناسب للحصول على سيليلوز من نفايات الشاي ويمكن استخدام MCC كمصدر آمن وواعد لإنتاج المركبات الحيوية ، مع توفير طريق بديل للإستخدام المعقول لنفايات الشاي[9].

X. الدراسة العاشرة:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Ali Olad, Fatemeh Doustdar, Hamed Gharekhani

الذي جاء بعنوان:

Fabrication and characterization of a starch-based superabsorbent hydrogel composite reinforced with cellulose nanocrystals from potato peel waste

تهدف هذه الدراسة إلى استخلاص البلورات النانوية (CNC) من نفايات قشر البطاطس.

في هذه الدراسة، تم استخلاص البلورات النانوية من نفايات قشر البطاطس باستخدام المعالجة القلوية متبوعة بالتحلل المائي الحمضي.

استنتاجات الدراسة

استخدام CNC المشتقة من نفايات قشر البطاطس فقط يتم اعتبارها للمنتجات عالية القيمة لتبرير نفقات المعالجة[10].

XI.الدراسة الحادية عشر:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Ioan Bicu Fanica Mustata

والذي بعنوان:

Optimization of isolation of cellulose from orange peel using sodium hydroxide and chelating agents

تهدف هذه الدراسة إلى استخدام RSM لأول مرة لاستكشاف آثار معاملات المعالجة الرئيسية على اللب القلوي لـ OP، وعلى هذا الأساس لإيجاد الظروف المثلى لاستعادة لب السليلوز وتقليل محتوى الرماد.

تمحورت هذه الدراسة حول تحليل قشر البرتقال بحثا عن الهولوسليلوز والسليلوز واللجنين، الجزء القابل للذوبان في الكحول، البروتين، ولب السليلوز، الهيميسليلوز.

وكما دلت النتائج على أن الخصائص الفيزيائية والكيميائية لهذه المواد السليلوزية ذات مستوى جيدة من درجة النقاوة والتبلور[11].

XII.الدراسة الثانية عشر:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Ana Carolina Corre , Eliangela de Morais Teixeira…

والذي جاء بعنوان:

Cellulose nanofibers from curaua fibers

كان الهدف من هذه الدراسة هو إنتاج ألياف نانوية من ألياف الكوراوا(curaua) عن طريق التحلل المائي الحمضي.

تمحورت هذه الدراسة حول:

استخدام الياف من أوراق الكوراوا البيضاء، المجففة، والناعمة، والخفيفة حيث تم طحنهم بواسطة مطحنة، ثم تم تجفيف الألياف و معالجتها باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم، و تم الحصول على ألياف الكوراوا النانوية واخضاعها للتحلل الحمضي، حيث تم إجراء ثلاث عمليات تحلل مائي لكل ليف معالج، واحدة بحمض الكبريتيك (H_2SO_4) ، وواحدة باستخدام حمض الهيدروكلوريك (HCl) ، و الأخرى بمزيج من أحماض الكبريتيك والهيدروكلوريك.

استنتاجات الدراسة:

لم يؤثر نوع المعالجة القلوية للألياف الخام وطبيعة الحامض على شكل مورفولوجيا لألياف الكوراوا (curaua) النانوية[12] .

XIII. الدراسة الثالثة عشر:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Jamille Santos Santana, Jamile Marques do Rosario.

والذي جاء بعنوان:

Cassava starch-based nanocomposites reinforced with cellulose nanofibers extracted from sisal

كان الهدف من هذه الدراسة هو استخلاص ألياف السليلوز النانوية من السيزال ودمجها بتركيزات مختلفة في نشا الكسافا حتى إنتاج المركبات النانوية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

استخلاص السليلوز وفقًا لمنهجية مقتبسة من da Silva وآخرون.

غسل ألياف السيزال بالماء المقطر وتجفيفها عند 40 درجة مئوية، ثم تم تعقيم الألياف بمحلول NaOH وتخضع للتقليب الميكانيكي، تليها ترشيح الألياف وتبييضها حيث تم تبييض كل 10 غرام من ألياف السليلوز بمحلول يحتوي على 100 مل من $NaClO_2$ مائي، ثم تم ترشيح الألياف وغسلها وتجفيف السليلوز المستخلص بالفرن عند 40 درجة مئوية لمدة 48 ساعة.

تم استخلاص ألياف السليلوز النانوية عن طريق التحلل المائي الحمضي باستخدام محلول حمض الكبريتيك.

استنتاجات الدراسة:

يمكن أن تساعد هذه الدراسة في تمهيد الطريق لتطوير وإنتاج على نطاق واسع لمواد التعبئة والتغليف القابلة للتحلل الحيوي الجديدة[13].

XIV. الدراسة الرابعة عشر:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

ààJiulong Xie Chung-Yun Hse Cornelis F De Hoop…

والذي جاء بعنوان:

Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication

كان الهدف من هذه الدراسة هو عزل ألياف السليلوز النانوية بنجاح من الخيزران بإستخدام تسييل الميكروويف مع المعالجة الكيميائية والموجات فوق الصوتية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

إنتاج المخلفات صغيرة الحجم ذات المحتوى العالي من السليلوز من الخيزران عن طريق تسييل الميكروويف، ثم تنقية المخلفات الغنية بالسليلوز بسهولة عن طريق المعالجات الكيميائية تليها عزل ألياف السليلوز النانوية المكونة من ألياف عنصرية وحزم ليفية وحزم مجمعة من المخلفات المنقاة كيميائًيا عن طريق إعطائها للرجفان النانوي عالي الكثافة بالموجات فوق الصوتية.

استنتاجات الدراسة

تقنية الجمع بين تسييل الميكروويف والمعالجة الكيميائية تتمتع بإستقرار حراري عالٍ مما يشير إلى أنه يمكن استخدام الألياف النانوية المعزولة كعناصر تقوية في المواد الحيوية[14].

XV. الدراسة الخامسة عشر:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Zhong-Xuan Bian, Xia-Ran Miao.

والذي جاء بعنوان:

Extraction and structural investigation of jute cellulose nanofibers

يهدف هذا العمل إلى استخلاص الياف السيليلوز النانوية(CNFs) من ألياف الجوت الخام عبر الأكسدة بوساطة TEMPO والتفكك الميكانيكي.

تمحورت هذه الدراسة حول استخراج CNFs من ألياف الجوت الخام ، والتي لم يتم معالجتها مسبقًا في محلول قلوي ساخن أو محلول حمضي عبر الأكسدة بوساطة TEMPO ، حيث قمنا أولا في تحضير ألياف الجوت وذلك بطحن ألياف الجوت المجففة إلى مسحوق ، ثم تجفيف الكتلة في فرن مفرغ، تليها مرحلة تحضير CNFs حيث تم وضع ألياف الجوت المعالجة في 100 مل من الماء منزوع الأيونات بعد ذلك، تمت إضافة NaBr وTEMPO إلى المعلق وفي الأخير تم الحصول على الياف السيليلوز النانوية عن طريق تشتيت هلام السليلوز في الماء منزوع الأيونات مع تجانس عالي السرعة.

استنتاجات الدراسة:

تعتبر عملية تحضير CNFs غير المتجانسة بدون أي معالجة قلوية أقل تلويثًا واستهلاكًا للطاقة، إنها محاولة فعالة لتحقيق الإستخراج الأخضر والواسع النطاق من CNFs في المستقبل[15].

XVI.الدراسة السادسة عشر:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Maimunah Asem, Dzun Noraini Jimat

والذي جاء بعنوان:

Entangled cellulose nanofibers produced from sugarcane bagasse via alkaline treatment, mild acid hydrolysis assisted with ultra sonication

كان الهدف من هذه الدراسة هو استخدام طرق العلاج المركبة التي تشمل المعالجة القلوية والتحلل المائي الحمضي الخفيف بمساعدة الموجات فوق الصوتية لاستخراج ألياف السليلوز النانوية (CNFs) من تفل قصب السكر.

تمحورت هذه الدراسة حول معالجة ألياف قصب السكر (SCB) بهيدروكسيد الصوديوم وبيروكسيد الهيدروجين المائي، وهو عامل تبييض قبل تعريضه لتحلل حمضي خفيف متبوعا بالموجات فوق

الصوتية بسعة 70% لإزالة الرجفان وتشتيت الألياف، وركزت الدراسة على التحلل الحمضي بإستخدام حمض الكبريتيك الخفيف لألياف السليلوز القلوية المعالجة المستخرجة من ألياف قصب السكر (SCB).

استنتاجات الدراسة

أظهرت هذه الدراسة أن التطبيق بالمعالجة القلوية والحمضية الخفيفة جنبًا إلى جنب مع الموجات فوق الصوتية يمكن أن تنتج أليافًا شبكية متشابكة طويلة بقطر نانوي (30-20 نانومتر) وعدة ميكرومتر.

طرق المعالجة المشتركة فعالة للغاية في عزل الياف السيليلوز النانوية CNFs من الكتلة الحيوية النباتية[16].

XVII. الدراسة السابعة عشر:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Yan Li , Guozhu Li , Yunling Zou…et al

والذي جاء بعنوان:

Preparation and characterization of cellulose nanofibers from partly mercerized cotton by mixed acid hydrolysis

يهدف هذا العمل إلى تصنيع ألياف السليلوز النانوية من ألياف قطنية جزئية بواسطة التحلل المائي الحمضي.

تمحورت هذه الدراسة حول:

تقطيع ألياف القطن بالكامل إلى قطع صغيرة ثم تم تجزئتها في هيدروكسيد الصوديوم لإزالة الشمع والدهون، يليها غسل ألياف القطن التي تمت معالجتها باستخدام الماء المقطر، تليها تحضير الياف السيليلوز النانوية عن طريق تحلل ألياف القطن التي تمت معالجتها مسبقا في خليط منH_2SO_4 وحمض الهيدروكلوريك، تحت تأثير مشترك من التحريض بالموجات فوق الصوتية والميكانيكية لتشكيل معلق، حيث كان المعلق يغسل بالتناوب ويفصل بالطرد المركزي عند 10000 دورة / دقيقة.

استنتاجات الدراسة:

يتضمن تكوين ألياف السليلوز النانوية ثلاث مراحل : تشكيل ألياف دقيقة تشبه الشبكة ، ثم ألياف دقيقة قصيرة وأخيراً ألياف نانوية[17].

XVIII.الدراسة الثامنة عشر:

استنادا إلى العمل المنجز من طرف الباحثين:

Lindong Zhai, Hyun chan Kim, Jung Woong Kim & Jaehwan Kim

والذي جاء بعنوان:

Simple centrifugal fractionation to reduce the size distribution of cellulose nanofibers

كان الهدف من هذه الدراسة هو إجراء تجزئة بسيطة بالطرد المركزي لتقليل توزيع الحجم لتعليق CNF المستخرج من لب الخشب الصلب عن طريق الجمع بين أكسدة TEMPOوطرق الإصطدام المضاد المائي.

تمحورت هذه الدراسة حول:

تخفيف معلق الياف النانو سيليلوز CNF الأصلي وطرده مركزيًا تحت سرعة منخفضة لإزالة ألياف السليلوز الدقيقة، ثم طرد مركزيًا بسرعة عالية لفصل CNF صغير جدًا، تليها تحليل CNF المجزأ بواسطة الفحص المجهري، وتم أيضا إجراء التحليل المرئي للأشعة فوق البنفسجية، وتحليل البلورة FT-IR و XRD لتحليل جميع CNF المجزأة و CNF الأصلي .

استنتاجات الدراسة

التجزئة بالطرد المركزي هو طريقة سهلة وفعالة لتجزئة معلق CNF متجانس[18] .

XIX.الدراسة التاسعة عشر:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Karen S. Prado, Márcia A.S. Spinacé

والذي جاء بعنوان:

Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from pineapple crown waste and their potential uses

يهدف هذا العمل إلى استخراج بلورات السيليلوز النانوية بنجاح من نفايات أوراق تاج الأناناس (PCL) باستخدام المعالجات الكيميائية تليها التحلل الحمضي باستخدام حمض الكبريتيك .

تمحورت هذه الدراسة حول:

في البداية تم تحضير ألياف أوراق الأناناس PCL وذلك بعزل أوراق تاج الأناناس المفردة (PCL) من تاج الأناناس ، ثم تم استخلاص ألياف PCL يدويًا من كل ورقة ، حيث قبل إزالة المركبات غير السليلوزية من خلال معالجات التبييض ، تم غمر ألياف PCL في ماء منزوع الأيونات, تلي هذه المرحلة

معالجة الألياف PCL المغسولة باستخدام محلول NaOH ، ثم تم تجفيف الألياف عند 60 درجة مئوية حتى يتم الوصول إلى كتلة ثابتة ، ثم تليها مرحلة تبيض وذلك بإزالة الهيميسليلوز المتبقي واللجنين، حيث تمت معالجة 1 غرام من ألياف مجففة بـ خليط من H_2O_2 وهيدروكسيد الصوديوم ، تلي هذه المرحلة مرحلة عزل CNC حيث تم عزل بلورات السيليلوز النانوية CNC من ألياف PCL بطريقة التحلل المائي المحفز بالحمض ، تم غسل المعلق CNC بالماء منزوع الأيونات بواسطة أجهزة طرد مركزي ، ثم تم استخدام نظام التعليق CNC بالموجات فوق الصوتية.

استنتاجات الدراسة:

بلورات السيليلوز النانوية(CNC) المعزولة من نفايات أوراق تاج الأناناس (PCL) له خصائص مثيرة للاهتمام لاستخدامها في العديد من تطبيقات الوسائط السائلة، إلى جانب استخدامها كمقويات في المركبات النانوية[19].

XX. الدراسة العشرون:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

K.J. Nagarajan, A.N. Balaji, N.R. Ramanujam

والذي جاء بعنوان:

Extraction of cellulose nanofibers from cocos nucifera var aurantiaca peduncle by ball milling combined with chemical treatment

تهدف هذه الدراسة الى استخراج نوع جديد من ألياف السليلوز النانوية (CNFs) من سيقان الزهور التي تعد منتجًا للنفايات الحيوية من Cocos nucifera var-Aurantiaca من خلال طحن الكرات جنبًا إلى جنب مع المعالجة الكيميائية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

في البداية تم استخلاص الالياف عن طريق تم نقع السيقان في دورق مياه عذبة، فيخترق الماء الجزء المركزي من الساق ثم يتم إزالة اللب ثم تم فصل خيوط الألياف، ثم غسل الألياف المستخرجة جيدًا بالماء، أما في المرحلة الثانية تم استخراج CMFs من الألياف من خلال عملية معالجة كيميائية قياسية، تم بعد ذلك تجفيف هولوسليلوز الخام المستخرج، ثم تمت معالجته باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم، بعد الإستخلاص، تم غسل السليلوز، أخيرًا، تمت معالجة السليلوز المستخلص بـ CH_3COOH و HNO_3.

بعد استخراج CMFs ، يتم تحضير CNFs وذلك بإجراء عملية الطحن في حالة جافة باستخدام طاحونة ، بعد عملية الطحن ، تم جمع النانو سليلوز وغسله بواسطة جهاز طرد مركزي بسرعة 5000 دورة في الدقيقة ، وأخيرًا تم الصوتية CNFs التي تم الحصول عليها باستخدام جهاز الموجات فوق الصوتية[20].

استنتاجات الدراسة:

تتميز CNFs بإمكانية استبدال جزيئات النانو الإصطناعية.

يتم استخدام CNF كبدائل فعالة لمواد التقوية الإصطناعية التي تجد تطبيقات في مجال هندسة الأنسجة، الأدوية، الصحة، مستحضرات التجميل، تغليف المواد الغذائية، السيارات، البناء، صناعة الورق المقوى، والمعدات الرياضية، إلخ.

XXI.الدراسة واحد وعشرون:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Fanrong Meng, Guoqing Wang, Xueyu Du, Zhifen Wang, Shuying Xu, Yucang Zhang.

والذي جاء بعنوان:

Preparation and characterization of cellulose nanofibers and nanocrystals from liquefied banana pseudo-stem residue.

يهدف هذا العمل إلى استخراج النانوسليلوز من سيقان الموز (BPs) عبر طريقة توفير الطاقة لتقوية مواد البوليميرية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

إخضاع سيقان الموز (BPs) في البداية لعملية تسييل جوي لإزالة الشمع والبكتين والهيميسليلوز واللجنين جزئيًا ، ثم تم إجراء معالجة التبييض و كذلك للتخلص من اللجنين المتبقي ومتعدد التكثيف في المخلفات المسالة ، حيث تم الحصول على ألياف السليلوز النانوية (CNF) لاحقًا عن طريق أكسدة بوساطة TEMPO على مرحلتين ومعالجة بالموجات فوق الصوتية عالية الكثافة، تم تحلل السليلوز المؤكسد TEMPOالناتج عن الحمض في بلورات نانوية (CNC) .

استنتاجات الدراسة:

نستنتج من هذه النتائج أن النانوسليلوز الذي تم الحصول عليه من سيقان الموز لديه إمكانات كبيرة لاستخدامه كعوامل تقوية لتصنيع المركبات النانوية[21].

XXII.الدراسة ثانية وعشرون:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Jamila B. Ali Abdullahi Danladia, Musa M. Bukharia…. et al.

والذي جاء بعنوان:

Extraction and Characterization of Cellulose Nanofibres and Cellulose Nanocrystals from Sammaz-14 Maize Cobs.

يهدف هذا العمل إلى استخلاص الياف السيليلوز النانوية من اكواز الذرة MC باستخدام الطرق الكيميائية والميكانيكية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

قطف أكواز الذرة (MC) يدويًا لإزالة جميع حبوب الذرة المتبقية والشوائب الأخرى ، ثم تمت معالجة MC بواسطة التحلل المائي الحمضي ، لاستخراج البلورات النانوية القائمة على السليلوز ، بينما تمت معالجة الألياف النانوية القائمة على السليلوز بواسطة الرجفان الميكانيكي باستخدام مطحنة[22] .

XXIII.الدراسة الثالثة والعشرون:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Agustín González, Gabriela Gastelú, Gabriela N. Barrera…. et al.

والذي بعنوان:

Preparation and characterization of soy protein films reinforced with cellulose nanofibers obtained from soybean by-products.

يهدف هذا العمل إلى:

تحضير الألياف النانوية التي تم الحصول عليها من المنتجات الثانوية الصناعية الزراعية منخفضة التكلفة (قشور وقرون فول الصويا) واستخدامها كمقويات نانوية لأغشية بروتين الصويا.

تمحورت هذه الدراسة حول:

تحضير ألياف السليلوز النانوية CNF من مادتين خام مختلفتين: قشور فول الصويا والقرون ، في البداية تم تنظيف المادة الخام ثم طحنها باستخدام مطحنة سكين، ثم تمت معالجة كل مسحوق على ثلاث مراحل: معالجة قلوي باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم من أجل إذابة البكتين والهيميسليلوز ،ثم تم تبييضه بعد ذلك في محلول $NaOCl_2$ وأخيراً ، يتحلل بالماء بواسطة معالجة حمضية في محلولH_2SO_4 بعد كل مرحلة ، تم غسل العينات بأجزاء من الماء المقطر واستعادة المادة الصلبة بالطرد المركزي, بعد ذلك ، لتقليل حجم ألياف السليلوز ، تم إجراء الطحن والتجانس باستخدام ultraturrax

لمدة 15 دقيقة عند 20000 دورة في الدقيقة ،أخيرًا تم الصوتية المنتج الذي تم الحصول عليه في جهاز الموجات فوق الصوتية.

استنتاجات الدراسة:

إن تحضير منتجات ذات قيمة عالية وأغشية قابلة للتحلل مناسبة لتطبيقها كغلاف غذائي مشتق من مواد مستخرجة من نفس سلسلة الصناعات الزراعية تعتبر تطورًا مهمًا للغاية يمكن على أساسه بناء العديد من الأبحاث التي تميل إلى تطوير مواد قابلة للتحلل[23].

XXIV. الدراسة الرابعة والعشرون:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Cintil Jose Chirayil, Jithin Joy, Lovely Mathew …. et al.

والذي جاء بعنوان:

Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from Helicteres isora plant

يهدف هذا العمل إلى عزل ألياف السليلوز النانوية من ألياف الأيزورا (isora) بالاعتماد على عملية المعالجة بالبخار المرتبطة بالحمض لاستخراج الألياف النانوية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

عزل الألياف من لحاء النبات، ثم تقطيعها الى ألياف قصيرة ومعالجتها باستخدام هيدروكسيد الصوديوم، ثم تم تبييض الألياف باستخدام خليط من NaOH وحمض الخليك ومزيج من محلول كلوريت الصوديوم، تكرر التبييض ست مرات، بعد التبييض تم غسل الألياف وتجفيفها جيدًا، ثم تم تعريض الألياف لتحلل حامضي باستخدام حمض أكساليك، تم إخراج الألياف وغسلها وتعليقها في الماء وتم تجانسها.

استنتاجات الدراسة:

استخدام ألياف isora هي مصدر وفيرو متجدد كمادة خام لإنتاج ألياف السليلوز النانوية[24].

XXV.الدراسة الخامسة والعشرون:

بالإستناد إلى المقال العلمي المنجز من طرف الباحثين:

Marimuthu Thiripura Sundari, Atmakuru Ramesh

والذي جاء بعنوان:

Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—Eichhornia crassipes.

يهدف هذا العمل عزل ألياف السليلوز النانوية من صفير ماء الأعشاب المائية بواسطة مزيج من العلاجات الكيميائية والميكانيكية.

تمحورت هذه الدراسة حول:

الحصول على ألياف السليلوز الدقيقة الخام والنقية من نبات الحشائش باتباع المعالجة الكيميائية والمعالجة الميكانيكية ، حيث تم استخدام صفير ماء نبات الحشائش المائية كمصدر أساسي في الدراسة، في البداية جمع السيقان النباتية و إزالة الشمع منها باستخدام جهاز Soxhlet ، ثم تم تبييض الألياف التي تم إزالتها من الشمع وغليها، ثم تمت إزالة الهيميسليلوز من الأنسجة التي تم الحصول عليها بمعالجته باستخدام هيدروكسيد الصوديوم ، تليها إزالة اللجنين بمزيد من المعالجة باستخدام محلول كلوريت الصوديوم تحت ظروف حمضية أخيرًا المخلفات الناتجة يتم غسلها بالماء المقطر حتى تصبح خالية من القلويات.

في المرحلة الثانية تم اتباع المعالجة الميكانيكية حيث تم فيها تفكيك العينات المعالجة كيميائياً، حيث تم الحصول على ألياف السليلوز المنقى، تم تشتيت الألياف المطحونة بالكرات في الماء ثم تم تحرر الألياف النانوية بالتبريد من خلال تطبيق تأثير عال بالموجات فوق الصوتية، ثم تم تحويل المعلقات الصوتية إلى حبيبات للحصول على ألياف السليلوز النانوية.

استنتاجات الدراسة:

تحتوي ألياف السليلوز النانوية المستخرجة من أعشاب صفير الماء على إمكانية تحضير أغشية متناهية الصغر قابلة للتحلل الحيوي[25].

المراجع:

[1] I. Kouadri and H. Satha, "Extraction and characterization of cellulose and cellulose nanofibers from Citrullus colocynthis seeds," *Industrial Crops and Products*, vol. 124, pp. 787-796, 2018.

[2] S. Ventura-Cruz and A. Tecante, "Extraction and characterization of cellulose nanofibers from Rose stems (Rosa spp.)," *Carbohydrate polymers*, vol. 220, pp. 53-59, 2019.

[3] L. Ravindran, M. Sreekala, and S. Thomas, "Novel processing parameters for the extraction of cellulose nanofibres (CNF) from environmentally benign pineapple leaf fibres (PALF): structure-property relationships," *International journal of biological macromolecules*, vol. 131, pp. 858-870, 2019.

[4] E. Abraham, B. Deepa, L. A. Pothan, M. Jacob, S. Thomas, U. Cvelbar, *et al.*, "Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach," *Carbohydrate Polymers*, vol. 86, pp. 1468-1475, 2011.

[5] W. Chen, H. Yu, Y. Liu, Y. Hai, M. Zhang, and P. Chen, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from four plant cellulose fibers using a chemical-ultrasonic process," *Cellulose*, vol. 18, pp. 433-442, 2011.

[6] B. Nasri-Nasrabadi, T. Behzad, and R. Bagheri, "Extraction and characterization of rice straw cellulose nanofibers by an optimized chemomechanical method," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 131, 2014.

[7] M. Atiqah, D. A. Gopakumar, O. FAT, Y. B. Pottathara, S. Rizal, N. Aprilia, *et al.*, "Extraction of cellulose nanofibers via eco-friendly supercritical carbon dioxide treatment followed by mild acid hydrolysis and the fabrication of cellulose nanopapers," *Polymers*, vol. 11, p. 1813, 2019.

[8] M. Li, L.-j. Wang, D. Li, Y.-L. Cheng, and B. Adhikari, "Preparation and characterization of cellulose nanofibers from de-pectinated sugar beet pulp," *Carbohydrate Polymers,* vol. 102, pp. 136-143, 2014.

[9] T. Zhao, Z. Chen, X. Lin, Z. Ren, B. Li, and Y. Zhang, "Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste," *Carbohydrate polymers,* vol. 184, pp. 164-170, 2018.

[10] A. Olad, F. Doustdar, and H. Gharekhani, "Fabrication and characterization of a starch-based superabsorbent hydrogel composite reinforced with cellulose nanocrystals from potato peel waste," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects,* vol. 601, p . .2020 ,124962

[11] I. Bicu and F. Mustata, "Optimization of isolation of cellulose from orange peel using sodium hydroxide and chelating agents," *Carbohydrate polymers,* vol. 98, pp. 341-348, 2013.

[12] A. C. Corrêa, E. de Morais Teixeira, L. A. Pessan, and L. H. C. Mattoso, "Cellulose nanofibers from curaua fibers," *Cellulose,* vol. 17, pp. 1183-1192, 2010.

[13] J. S. Santana, J. M. do Rosário, C. C. Pola, C. G. Otoni, N. de Fátima FerreiraSoares, G. P. Camilloto, *et al.*, "Cassava starch-based nanocomposites reinforced with cellulose nanofibers extracted from sisal," *Journal of applied polymer science,* vol. 134, 2017.

[14] J. Xie, C.-Y. Hse, F. Cornelis, T. Hu, J. Qi, and T. F. Shupe, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication," *Carbohydrate polymers,* vol. 151, pp. 725-734, 2016.

[15] Z.-X. Bian, X.-R. Miao, J.-Y. Lin, F. Tian, F.-G. Bian, and H. Li, "Extraction and structural investigation of jute cellulose nanofibers," *Nuclear Science and Techniques,* vol. 29, pp. 1-8, 2018.

[16] M. Asem, D. N. Jimat, N. H. S. Jafri, W. M. F. W. Nawawi, N. F. M. Azmin, and M. F. Abd Wahab, "Entangled cellulose nanofibers produced

from sugarcane bagasse via alkaline treatment, mild acid hydrolysis assisted with ultrasonication," *Journal of King Saud University-Engineering Sciences*, 2021.

[17] Y. Li, G. Li, Y. Zou, Q. Zhou, and X. Lian, "Preparation and characterization of cellulose nanofibers from partly mercerized cotton by mixed acid hydrolysis," *Cellulose*, vol. 21, pp. 301-309, 2014.

[18] L. Zhai, H. C. Kim, J. W. Kim, and J. Kim, "Simple centrifugal fractionation to reduce the size distribution of cellulose nanofibers," *Scientific reports*, vol. 10, pp. 1-8, 2020.

[19] K. S. Prado and M. A. Spinacé, "Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from pineapple crown waste and their potential uses," *International journal of biological macromolecules*, vol. 122, pp. 410-416, 2019.

[20] K. Nagarajan, A. Balaji, and N. Ramanujam, "Extraction of cellulose nanofibers from cocos nucifera var aurantiaca peduncle by ball milling combined with chemical treatment," *Carbohydrate polymers*, vol. 212, pp. 312-322, 2019.

[21] F. Meng, G. Wang, X. Du, Z. Wang, S. Xu, and Y. Zhang, "Extraction and characterization of cellulose nanofibers and nanocrystals from liquefied banana pseudo-stem residue," *Composites Part B: Engineering*, vol. 160, pp. 341-347, 2019.

[22] J. B. Ali, A. Danladi, M. M. Bukhari, B. B. Nyakuma, P. Mamza ,Z. B. Mohamad, *et al.*, "Extraction and characterization of cellulose nanofibres and cellulose nanocrystals from Sammaz-14 maize cobs," *Journal of Natural Fibers*, pp. 1-16, 2020.

[23] A. González, G. Gastelú, G. N. Barrera, P. D. Ribotta, and C. I. Á. Igarzabal, "Preparation and characterization of soy protein films reinforced with cellulose nanofibers obtained from soybean by-products," *Food Hydrocolloids*, vol. 89, pp. 758-764, 2019.

[24] C. J. Chirayil, J. Joy, L. Mathew, M. Mozetic, J. Koetz, and S. Thomas, "Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from Helicteres isora plant," *Industrial Crops and Products*, vol. 59, pp. 27-34, 2014.

[25] M. T. Sundari and A. Ramesh, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—Eichhornia crassipes," *Carbohydrate Polymers*, vol. 87, pp. 1701-1705, 2012.

الفصل الثاني:

مصادر استخلاص السيليلوز

II. مصادر استخلاص السيليلوز

تمهيد

توجه العالم إلى إعادة تدوير مخلفات النباتات التي تحوي عددا كبيرا من المكونات على سبيل المثال السليلوز.

السليلوز هو أكثر البوليمرات الطبيعية وفرة على وجه الأرض كما يوحي اسمها، فإن النانو سليلوز يتوافق مع السليلوز على مقياس صغير للغاية، حيث اهتمت الكثير من الدراسات بإمكانية استخدامه لإنتاج مواد كيميائية ذات خصائص جديدة تحمل حلول عملية للكثير من المسائل العلمية حيث يمكن استخدامها كمواد صديقة للبيئة.

1.II.لمحة تاريخية

اكتشف الكيميائي الفرنسي أنسيلم باين السليلوز وعزله في عام 1838، كما حدد باين الصيغة الكيميائية و في عام 1870 ، أنتجت شركة Hyatt للتصنيع أول بوليمر لدن بالحرارة ، السليلويد باستخدام السليلوز، من هناك ، تم استخدام السليلوز لإنتاج الحرير الصناعي في تسعينيات القرن التاسع عشر والسيلوفان في عام 1912، حدد هيرمان ستودينجر التركيب الكيميائي للسليلوز في عام 1920، وفي عام 1992 ، قام كوباياشي وشودا بتصنيع السليلوز دون استخدام أي إنزيمات بيولوجية ، كما استخدم مصطلح النانو سليلوز من قبل شنايدر وتورياك و وساندبيرغ في أواخر السبعينيات في مختبرات ويباني رايونير في نيو جيرسي، الولايات المتحدة لوصف منتج صُنع على شكل مادة هلامية عن طريق تمرير لب الخشب عبر محلول كيميائي خاص مع درجات حرارة عالية وضغط مرتفع[1].

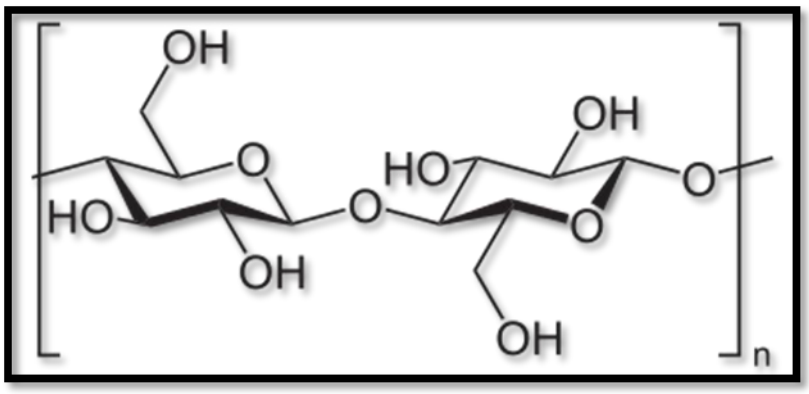
ظهر المصطلح لأول مرة علنًا في أوائل الثمانينيات عندما صدرت عدد من براءات الاختراع والمنشورات لشركة رايونير حول تركيبة مادة نانو سليلوزية جديدة، نشر هيريك من شركة رايونير أيضًا عملًا على

مسحوق جاف من السليلوز، وأعطت الشركة ترخيصًا مجانيًا لمن يريد الإستمرار ومتابعة هذا الاستخدام الجديد للسليلوز، وظهرت شركات أخرى لاحقًا استخدمت ألياف السليلوز النانوية في مجالات عديدة كالأطعمة ومستحضرات التجميل والورق والمنسوجات والأقمشة غير المنسوجة، تابعت مجموعة تانيوتشي ثم شركة يانو العمل على النانو سليلوز في اليابان في منتصف التسعينيات[2] .

2.II. تعريف السيليلوز

هو مادة كربوهيدراتية معقدة تشكل ما نسبته 15-60 %من المخلفات النباتية وتزداد نسبته في الأعضاء النباتية بتقدم عمر النبات لذلك تعتبر المخلفات النباتية أهم مصدر كاربوني ومصدر طاقة للأحياء الدقيقة ، وهو من المواد الرئيسية التي تكون موجودة في جدران الخلايا النباتية و يفيد النبات ببقائه قوًيا وصلبًا يتألف من الكربون و الهيدروجين والأكسجين[3].

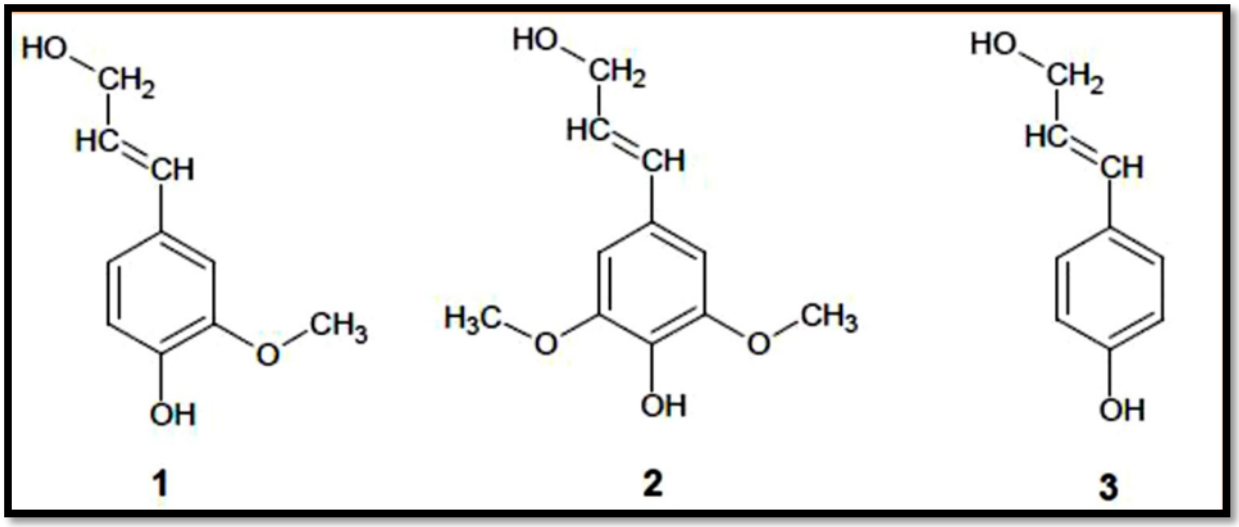
ويعتبر أكثر المركبات العضوية انتشار في الطبيعة ويتركب من وحدات جلوكوز مرتبطة مع بعضها في سلاسل طويلة ومستقيمة بواسطة رابطة من نوع " beta 1_4glycosidic " (تتكون الرابطة بين جزيئات الجلوكوز المتجاورة بين ذرة الكربون رقم واحد من الجلوكوز الأول وذرة الكربون رقم أربعة من الجلوكوز الثاني) ويتراوح عدد جزيئات السكر في جزيء السيليلوز ما بين 1400 -10000جزيء ويختلف ذلك باختلاف النبات، ويتراوح الوزن الجزيئي للسيليلوز ما بين 200000-2000000 ويتركز وجود السيليلوز في جدر الخلايا، وهو لا يوجد بشكل سلاسل بسيطة و إنما يكون بشكل سلاسل متحدة ومجاميعها تترتب بشكل خاص أما كيميائيا فإن السليلوز مستقر جدا و بوليمر غير قابل للذوبان في الماء، ليس له طعم، عديم الرائحة، محب للماء، وفي معظم المذيبات العضوية حلزوني، وهو قابل للتحلل البيولوجي، مادة شديدة البلورية يصعب تذويبها في مذيبات عضوية مشتركة، هذه الخاصية تخدمها كمادة هندسية[4] ، كما هو موضح في **الشكل (II . 1)**.



الشكل(1.II) : صيغة السليلوز.

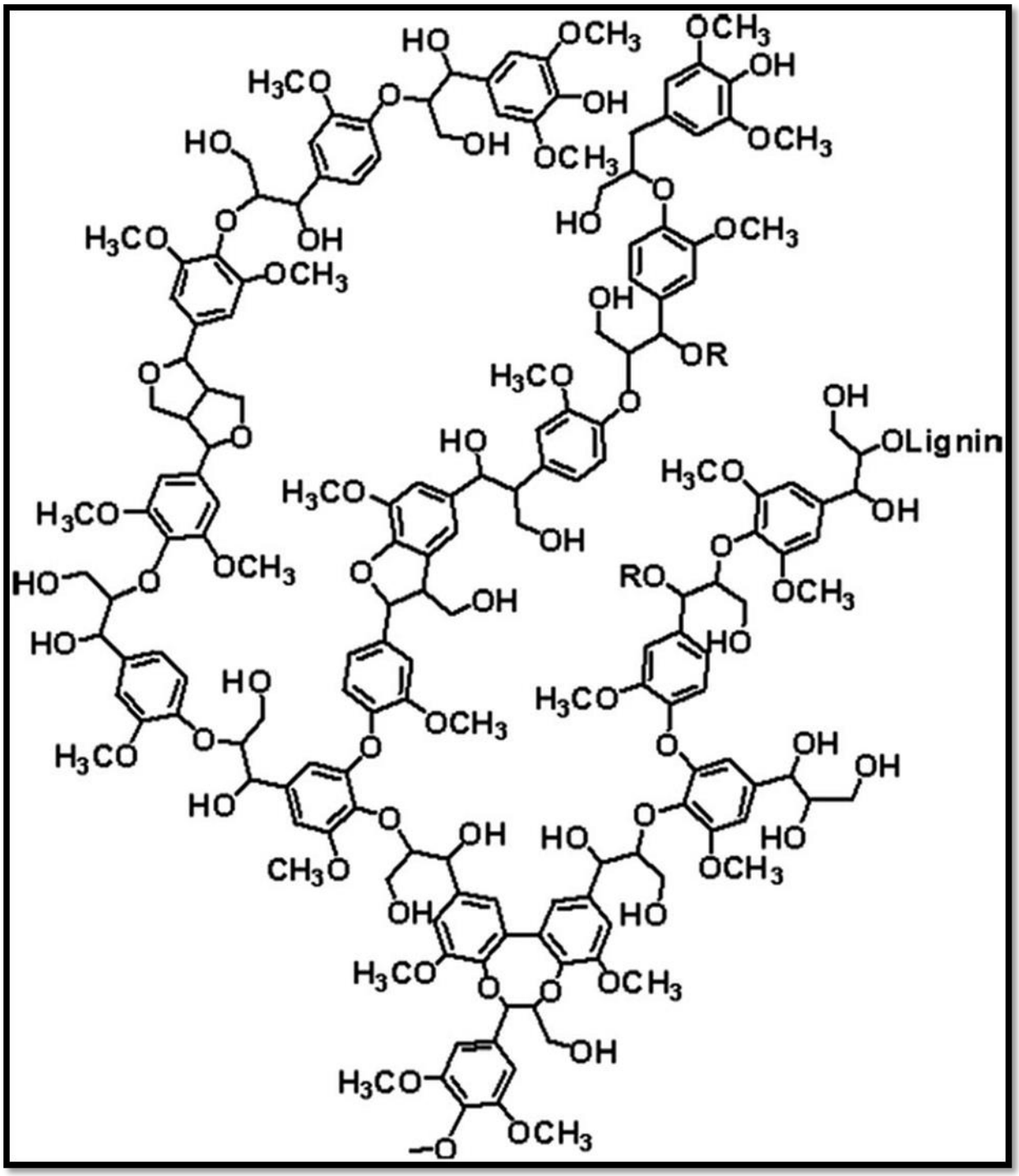
3.II. تعريف اللجنين

هو مركب ليفي، يساعد النبات في الحماية الميكانيكية، يكون مرتبط الهميسليلوز بروابط فيزيائية تكافئيه 13، يتشكل من ثلاثة وحدات أساسية كما هو موضح في **الشكل (2.II)**(trans-Coniferyl, trans-Sinapyl, trans-p-Coumaryl alcohols) وينشأ عن البلمرة الأنزيمية لهاته الوحدات بنية لا بلورية جد معقدة لمادة اللجنين كما هو موضح في **الشكل(3.II)** .



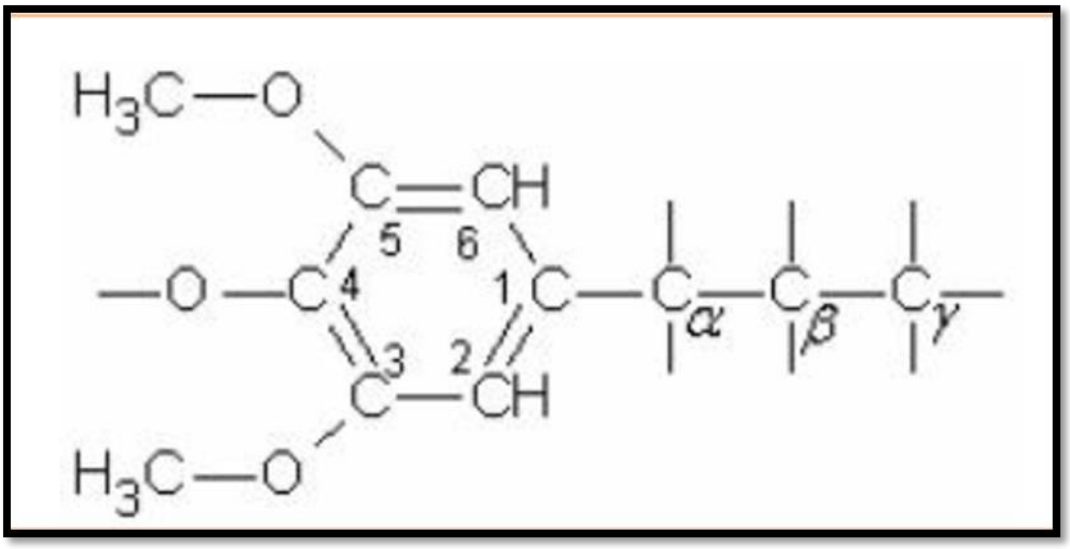
trans-Coniferyl **trans-Sinapyl** **trans-p-Coumaryl alcohols**

الشكل(2.II) :الوحدات البنائية للجنين .



الشكل(3.II): مثال لبنية كيميائية للجنين.

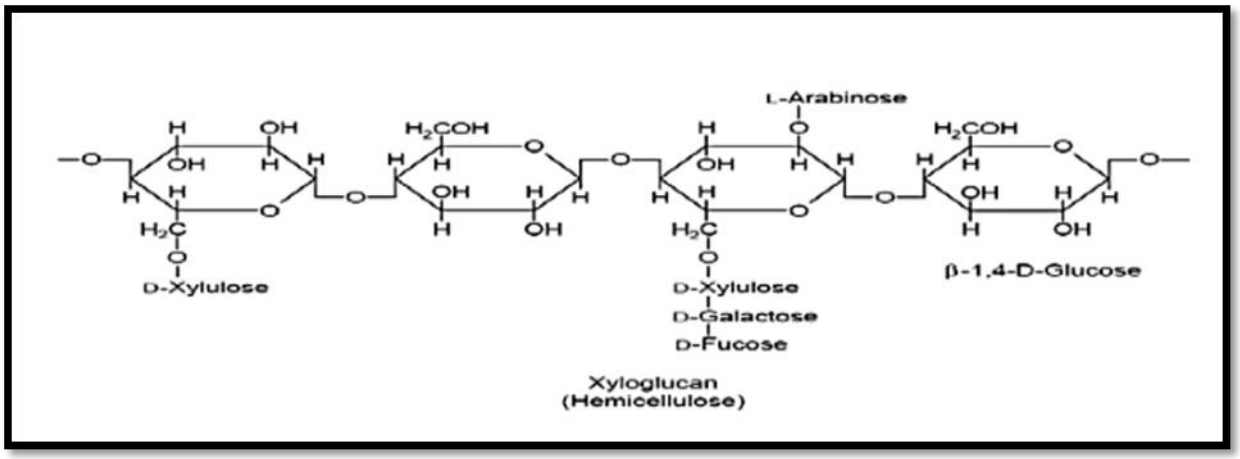
والصيغة العامة للوحدة البنائية الخاصة باللجنين هي (phenylpropane unit) حيث يرمز لذرات الكربون فيها كما يلي **الشكل(4.II):**



الشكل(4.II) : الصيغة العامة للوحدة البنائية للجنين.

4.II. تعريف الهيموسليلوز

هيميسليلوز هو عديد السكاريد, الذي يوجد في جميع النباتات ويتميز بكتلة مولارية أقل بكثير من تلك التي في السليلوز و بوجود وحدات مختلفة في سلاسلها و تكوون متفرعة، الهيميسليلوز هو الأكثر ارتباطا بالماء من غيره من الألياف وبهذا يكوون الأكثر فائدة في التخلص من الإمساك ويتميز هيميسليلوز بقابليته للذوبان في المحاليل القلوية المخففة ويحتل الهيميسليلوز حوالي ربع إلى ثلث معظم المواد النباتية على عكس السيليلوز الذي هو جزء فريد من نوعه يختلف فقط في درجة البلمرة و التبلور، إذا اعتبرنا أن الخشب مادة مركبة يكون فيها السليلوز هو الألياف المعززة وأن اللجنين هو المصفوفة، يلعب الهيميسليلوز دور المتوافق في الوصلة بين هذين العنصرين و تحتوي على 5 ذرات كربون مثل فراكتوز ارابينووز، وسكريات أخرى تتكون من6 ذرات كربون مثل الجلوكوز و المانوز، مختلفة عن السليلوز وظيفته عادة داعمة في جدار الخلية يمكن استخلاصه منها عن طريق المركبات القلوية, ومعظم الهيميسليلوز لديها درجة بلمرة 200 فقط ويختلف من الخشب اللين إلى الخشب الصلب وكذلك يوجد اختلاف كبير في كميته الموجودة في الجذع والفرع والجذور والأوراق[5] ، حيث **الشكل (5.II)** يوضح البنية الكيميائية للهيموسيليلوز.



الشكل(5.II) :البنية الكيميائية للهيموسيليلوز (Glucomannanes) .

5.II. مصادر مختلفة للسيليلوز

مع تطور الأبحاث العلمية عبر الزمن وخاصة في الآونة الأخيرة أدى إلى تعدد وتنوع مصادر السليلوز حيث يمكن الحصول على السليلوز من مجموعة واسعة من النباتات والحيوانات والبكتيريا يعتبر مصدر السليلوز مهم جدا لأنه يؤثر على أبعاد وخصائص السليلوز المستخرج في هذا القسم سنذكر أهم المصادر المختلفة لألياف السليلوز:

الألياف النباتية:

تمت دراسة مجموعة متنوعة من الألياف النباتية بهدف استخراج السليلوز منها قشور البطاطا، قشور البرتقال، ألياف القطن، والذرة، والخيزران، أعشاب صفير الماء ، بذور الحنطل، فول الصويا ،الطحالب ،جوز الاريكا، قشور الخيار و قشور الثوم و شاي أولونغ ، تفل قصب السكر قش الارز ولب البنجر السكري [6] ، كما موضح في الشكل (6.II).

الشكل(II. 6): بعض المصادر لاستخلاص السيليلوز.

الطحالب:

بعد عدة دراسات تم اعتبار الطحالب بمختلف أنواعها كمصدر للسليلوز على سبيل المثال تم استخلاص السيليلوز من:

Valonia

Micrasterias

Coldophora

Boerogesenia

و قد ظهر اختلاف في خصائص و أبعاد ألياف السليلوز المعزول حسب نوع الطحالب، الألياف المستخلصة من لفالونيا (Valonia) تكون في شكل أجزاء مربعة (20 x20نانومتر) ونوع تبلورها I_{α}.

(M.denticulate) تكون على شكل مقاطع عرضية مستطيلة ((20–30) x 50 نانومتر) نوع تبلورها I_β [6].

6.II. العوامل التي يحتاجها النبات لتصنيع السليلوز

إن عملية إنتاج السليلوز في النباتات هي ذاتها عملية البناء الضوئي التي تنتج الغذاء للنباتات والتي يتم تدريسها في المناهج عادةً، وهذه العملية تحتاج إلى مجموعة من العوامل أو العناصر حتى تكوّن السليلوز، وهي كالآتي الكربون، الأكسجين، الهيدروجين و الطاقة (ضوء الشمس) تتم عملية تصنيع أو إنتاج السليلوز في البلاستيدات الخضراء الموجودة في الجزء الأخضر من النبات؛ إذ يتم استخدام الكربون والأكسجين والهيدروجين وضوء الشمس لإنتاج الجلوكوز، وهي البنية الأساسية للسليلوز؛ إذ تتحد جزئيات الجلوكوز معًا ضمن سلاسل طويلة تسمي السليلوز.

7.II. إنتاج الألياف النباتية السليلوزية

الألياف هو مصطلح يطلق على المواد التي تكون بشكل حبال أو خيوط طويلة ذات أقطار صغيرة جدا، هي تستعمل في تقوية المركبات البوليميرية ومن أهمها نجد الألياف النباتية، الألياف الحيوانية الألياف الاصطناعية والألياف المعدنية وغيرها.

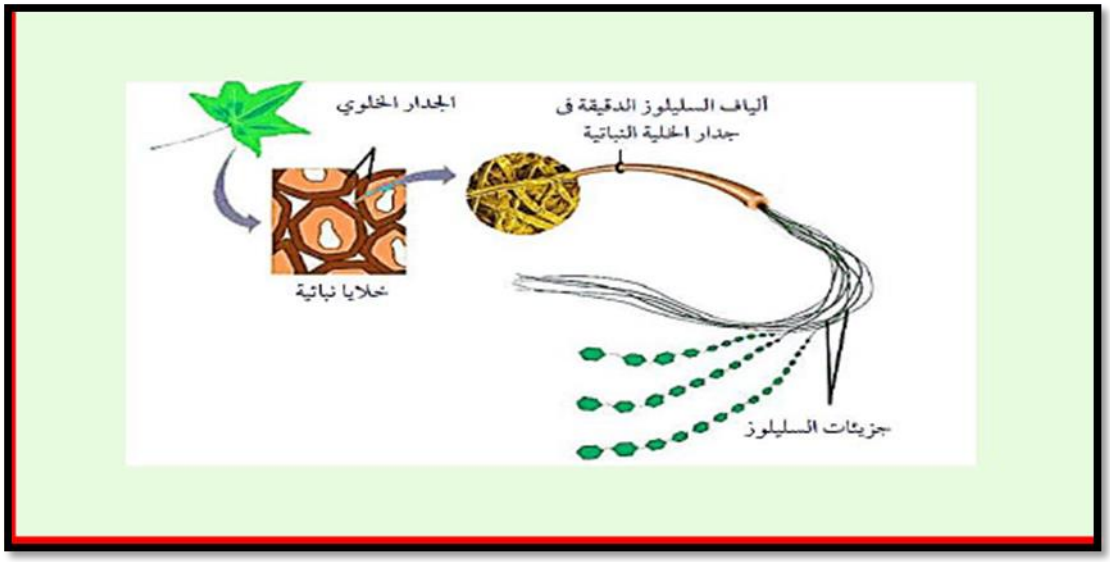
الألياف النباتية عبارة عن بُنية بيولوجية ذات استعمال واسع في المجالات الصناعية نظرا لما تتمتع به من خصائص فيزيائية وميكانيكية عالية، خفيفة الوزن، قليلة التكلفة وصديقة للبيئة كما أن تركيبتها الكيميائية (السليلوز، الهيمسليلوز والجنين) لها دور كبير في تحديد خصائصها ومميزاتها.

II.1.7. الخلية:

الخلية هي الوحدة التركيبية و الوظيفية الأساسية لحياة الكائنات الحية، كما تعتبر أصغر وحدة للمادة الحية، وهي تختلف في الوظيفة والشكل والحجم و تعقد الجدار، حيث تتركب من جزيئين أساسين هما جدار الخلية (الجدار الخلوي) والألياف .

II.2.7. جدار الخلية:

يعتبر جدار الخلية النباتية من أهم الصفات التي تميزها عن الخلية الحيوانية و التي تفتقر إلى مثل هذا الجدار، و هو عبارة عن طبقة صلبة غير حية لكنهم رن إلى حد ما، يحيط بالخلية من الخارج و يتكون من خيوط رفيعة من السليلوز تسمى الألياف الدقيقة، وتكون هذه الألياف موازية لسطح الخلية حيث أن كل ليف يكون متعدد الطبقات ومركب من عدة مواد كاللجنين و الهيميسليلوز المحيط ينب عنصر السليلوز ذو البنية الصلبة جدا كما هو موضح في **الشكل(II. 7)**[7]



الشكل (II. 7) :بنية الألياف النباتية(السليلوزية) .

II.8. أهم طرق استخلاص السيليلوز:

هناك العديد من الطرق المستخدمة في الإستخلاص منها الميكانيكية، الكيميائية والبيولوجية ولكل تقنية مزايا وحدود **الشكل (II.8)** يوضح بعض طرق الإستخلاص:

II.8.1. الطريقة البيولوجية:

وهذه طريقة استخراج تقليدية، يعتمد مبدأها على استخدام البكتيريا لإذابة المستخلصات، مثل بكتيريا bacillus و clostridium ، وقد ثبت أنها فعالة جدا في إزالة المواد الغير السليلوزية من النباتات و إطلاق الألياف، على الرغم من أن وقت الإستخراج طويل نسبيا إلا أنها توفر أليافا عالية الجودة كما يمكن تصنيف تقنية الطريقة البيولوجية إلى نوعين هما التآكل و المعالجة الإنزيمية فالأول يكون عن طريق نقع الألياف لفترة وطويلة ثم استخراجها ميكانيكيا و الثاني باستخدام الإنزيمات نذكر نوع منها وهو إنزيم زيلاناز xylanase enzymes.[7]

II.8.2. المعالجة الكيميائية

يستخدم هذا النوع من المعالجة من أجل تفكيك بنية المواد اللجنوسليلوزية باستعمال التفاعلات الكيميائية، تعتبر المعالجة الكيميائية انتقائية في تفكيك بنية مواد اللجنوسليلوز حيث البعض منها يذيب الهيمسليلوز بينما البعض الآخر يذيب اللجنين، تتفاوت هذه الطرق من حيث الكفاءة و التكلفة الإقتصادية و يمكن استخدامها بشكل فردي أو في مجموعة من أجل تحسين المنتج النهائي برفع كفاءة الإستخلاص و تحسين خصائص المادة المستخلصة و هي كالتالي[8]:

II.8.2.1. المعالجة بالأحماض:

معالجة مواد اللجنوسليلوز بالأحماض يعتمد على توفير الشاردة H_3O^+ هذه الأخيرة تهاجم بعض الروابط البينية و الخارجية (inter/intra molecular) للبوليمرات الرئيسية و تعمل على كسرها و تفكيك البنية و تشمل المعالجة بالأحماض المخففة و المركزة الأحماض المركزة مثل: H_2SO_4،HNO_3، HCl

H_3PO_4، [9] ، ويستخدم بصفة خاصة في انتاج النانو سليلوز وتفكيك الوحدات السكرية و لكن لها عدة عيوب حيث تعتبر سامة و مكلفة اقتصاديا و يصعب التحكم في ظروف تفاعلها خاصة في التطبيقات الصناعية[10].

II.2.2.8. المعالجة بالقواعد:

الدور الرئيسي الذي تقوم به المعالجات بالقواعد هو تفكيك بنية اللجنين و بالتالي تحسين إمكانية الوصول إلى باقي السليلوز و الهميسليلوز(polysaccharides) يعمل الوسط القاعدي على كسر الروابط الغير مستقرة بين وحدات اللجنين أو بينه وبين الهميسليلوز في وجود قاعدة مثل (NaOH) ، $Ca(OH_2)$[11].

II.3.2.8. المعالجة بالعوامل المؤكسدة:

تتمثل هذه العوامل في: بيروكسيد العضوي($C_2H_4O_3$,H_2O_2) ،(الأوزونO_3) الأكسجين و عدة عوامل أخرى تستخدم لتحفيز عملية إزالة اللجنين (delignification process) بمهاجمة و تفكيك البنية الحلقية له[12] وتتم هذه المعالجة في وسط قاعدي(pH>12) و تعتبر مناسبة لاستخلاص السليلوز[13].

II.4.2.8. المعالجة بالمذيبات العضوية Organosolv:

هي عملية يتم فيها تحليل اللجنين و الهميسليلوز وإذابة كتل (شظايا) اللجنين من بنية المواد اللجنوسليلوز ليبقى السليلوز في حالته الصلبة نقي نسبيا، المذيبات العضوية الأكثر استعمالا هي الكحول ذات درجة غليان منخفضة: الميثانول، الإيثانول و الأسيتون، ايثيلين غليكول و أسيتات الايثيل [14].

II.5.2.8. المعالجة بالسوائل الأيونية Ionic liquids:

تعتبر هذه التقنية جديدة في تفكيك بنية اللجنوسليلوز، حيث تعمل على اذابة السليلوز و الهميسليلوز و اللجنين في وسط معتدل، السوائل الأيونية عبارة عن أملاح سائلة يمكن استخدامها في درجة حرارة

الغرفة و تتكون من أنيون غير عضوي (inorganicanion) وكاتيون عضوي(organic cation) و السوائل الأيونية الأكثر استعمالا في معالجة الكتلة الحيوية هي

1- alkyl-3-methylimidazolium $[C_nmim]^+$
1- alkyl-2,3-dimethylimidazolium $[Ammim]^+$
-Tetrabutylphosphonium $[Bu_4P]^+$

(n) : عدد ذرات الكربون في سلسلة الألكيل.

كخلاصة يمكن للمعالجة الكيميائية تجزئة اللجنين و الكربوهيدرات (السليلوز و الهميسليلوز) من خلال استخدام الأحماض، القواعد، المذيبات و السوائل الأيونية، حيث تعتمد على التفاعل الإنتقائي مع الروابط الكيميائية لبنية ألياف اللجنوسليلوز [15].

II.3.8. المعالجة الفيزيائية:

تهدف المعالجة الفيزيائية إلى تقليل حجم الجسيمات، درجة البلورة و البلمرة بالإضافة إلى كمية النفايات الكيميائية، و زيادة في مساحة السطح الخاص(specific surface area) و الكثافة الظاهرية (bulk density) الأمر الذي يسهل في المعالجات الكيميائية، العيب الرئيسي لهذه المعالجة هو الاستهلاك العالي للطاقة مما يساهم في ارتفاع التكاليف الإقتصادية للمعالجة، تشمل عدة طرق نذكر منها أمواج المايكرويف و الفوق صوتية، المعالجة الميكانيكية و نقصد بها تقطيع و طحن المادة الخام يكون الحجم بعد التقطيع حوالي (30- 10 نانومتر) و تنخفض إلى بعد الطحن (2- 0.2 نانومتر)[8] .

الشكل(8.II) :أهم طرق استخلاص السيليلوز.

9.II. مشتقات السليلوز:

1.9.II. السليلوز البكتيري:

على الرغم من أن السليلوز ينتج بشكل أساسي عن طريق النباتات ، فإن العديد من البكتيريا ، و خاصة تلك التي تنتمي إلى جنس Gluconacetobacter، تشارك في إنتاج شكل غريب للغاية من السليلوز بخصائص ميكانيكية وتركيبية يمكن استغلالها في العديد من التطبيقات، وعادة ما يتم إنتاج السليلوز البكتيري بواسطة GluconacetobacterhanseniiUCP1619 باستخدام وسط Hestrin-Schramm (HS) ،ولكن هناك قيود قليلة مرتبطة بالسليلوز البكتيري، مثل تكلفة الإنتاج مرتفعة، واستخدام وسائط الإستزراع باهظة الثمن ،الإنتاجية الضعيفة ،المعالجة النهائية، وتكاليف التشغيل، يمكن أيضًا إنتاج السليلوز البكتيري عن طريق بكتيريا من أجناس Sarcina و Agrobacterium، السليلوز البكتيري الذي تنتجه البكتيريا الهوائية له خصائص فيزيوكيميائية فريدة مقارنة بالسليلوز النباتي[16] .

II.2.9. أسيتات السليلوز:

هو استر مهم للسليلوز ، يمكن استخدام أسيتات السليلوز في العديد من التطبيقات مثل الأغشية ، والأغشية والألياف ، اعتمادًا على طريقة معالجتها، مجال خاص لاستخدام أسيتات السليلوز هو تخليق جزيئات كروية مسامية ، تسمى حبات السليلوز [17].

II.3.9. إيثيلسلولوزEC :

هو مشتق من السليلوز حيث يتم تعديل بعض مجموعات الهيدروكسيل على وحدات الجلوكوز اللامائي المتكرر إلى مجموعات إيثيل إيثر (ethyl ether)، يسمى إلى حد كبير بإيثر الإيثيل غير الأيوني من السليلوز (non-ionic ethyl ether of cellulose) تتم دراسة أنظمة توصيل الأدوية المغلفة في كبسولات دقيقة على أساس إيثيل السلولوز (EC) لتحقيق إطلاق دوائي ممتد ولحماية المادة الأساسية من التدهور [18] .

II.4.9. هيدروكسي بروبيل السليلوز(HPC) :

هو أحد مشتقات السليلوز الذي يذوب في الماء والمذيب العضوي، ويمكن استخدامه كمواد تشحيم، يمكن استخدامه أيضًا لعلاج التهاب القرنية والملتحمة الجاف، وتآكل القرنية والتهاب المشبك العصبي وما إلى ذلك، كما أنه يستخدم كمواد تشحيم للمرضى الذين يعانون من عيون اصطناعية.

II.10. الخصائص الفيزيائية والكيميائية للسليلوز:

II.1.10. الخصائص الفيزيائية للسليلوز :

السليلوز عبارة عن مادة صلبة بيضاء قادرة على الوصول إلى درجة حرارة 200 درجة مئوية ولا تتحلل، ولكن عندما ترتفع درجة الحرارة إلى27درجة مئوية، فإنها تبدأ في الاشتعال، مما يدل على انتمائها إلى المواد القابلة للاحتراق.

إذا فحصنا السليلوز تحت الميكروسكوب، يمكننا أن نرى أن تركيبته تتكون من ألياف لا يزيد طولها عن 20مم ، و ترتبط ألياف السليلوز بالعديد من الروابط الهيدروجينية، ولكنها لا تملك فروعًا، هذا يعطي السليلوز أكبر قوة و قدرة على الحفاظ على المرونة[19].

2.10.II. الخصائص الكيميائية للسليلوز:

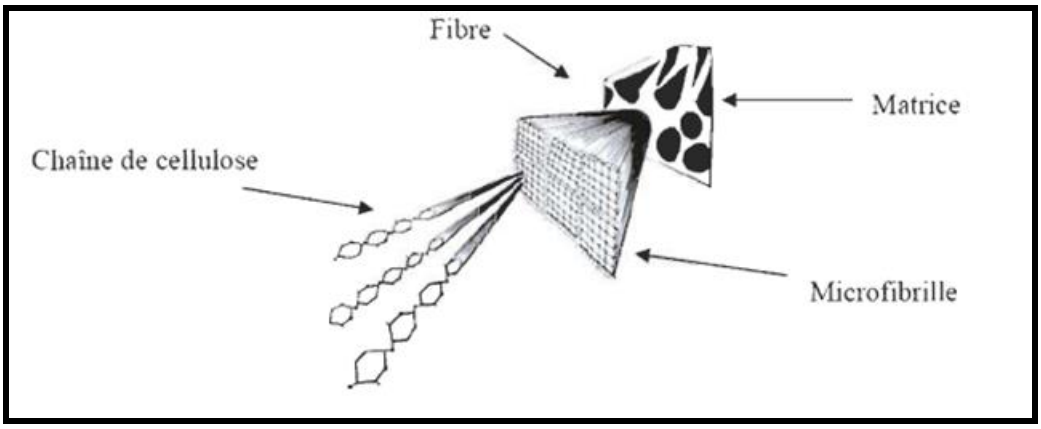
كان Payen Ansel me أول من حدد التركيب الأولي للسيليلوز في وقت مبكر في عام 1838، وجد أن السليلوز يحتوي على44 إلى45% من الكربون، و6 إلى 6.5 % من الهيدروجين والباقي تتكون من الأكسجين واستنادا إلى هذه البيانات، استنتج أن الصيغة التجريبية هي $C_6H_{10}O_5$ ومع ذلك، فإن الهيكل الجزيئي الفعلي للسيليلوز لا يزال غير واضح.

قدم هاوورث اقتراح سلسلة تشبه الهيكل الجزيئي في أواخر1920، في حين شتاودينغر قدمت الدليل النهائي على طبيعة البوليمر العالية لجزيء السليلوز حيث السليلوز هو بوليمر خطي متصلب إلى حد ما يتألف anhydroglucopyranose-D (وحدات AGU) وترتبط هذه الوحدات معا من خلال (غ) (C -1 → 1- C) روابط جاليكوسيدية تشكلت بين C -1 و C -4 من شقوق الجلوكوز في الحالة الصلبة، يتم تدوير وحدات AGU بنسبة 180درجة بالنسبة لبعضها البعض بسبب قيود الربط β، كل وحدة من وحدات AGU يحتوي على ثلاث مجموعات (hydroxyl) (OH) في مواضع C -2، C -3 و C-6 و تختلف المجموعات الطرفية في أحد طرفي جزيء السليلوز تماما في طبيعتها عن بعضها البعض، إنC−1 OH في أحد طرفي الجزيء عبارة عن مجموعة ألدهيد مع تقليل النشاط، و تشكل مجموعات ألدهيد حلقة pyranose من خلال شكل hemiacetal داخل جزيئي و على النقيض من ذلك، فإن OHعلى الطرف الأخر من السلسلة عبارة عن مكونOH من الكحول وتسمى بالتالي النهاية الغير القابلة للتخفيض وقد عُرف من التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (IR) علم البلورات بالأشعة السينية

والتحليل بالرنين المغناطيسي النوويNMRأن حلقة AGU موجودة في شكل حلقة pyranose وأن هذا يعتمد تشكيل الكرسيC1 -4 الذي يشكل أدنى تشكيل للطاقة د–غلوكوبيرانوز[20].

II.11.تعريف النانو سليلوز

يصف التعبير النانو سليلوز ليف السليلوز أو سليلوز بلوري يحتوي على بعد واحد على الأقل في نطاق المقياس النانوي، ويمكن الحصول عليه عن طريق المعالجة الكيميائية أو الميكانيكية للب الخشب أو السليلوز النباتي وما إلى ذلك كما هو موضح في **الشكل (II.9)**.



الشكل (II.9) : هيكل ألياف السيليلوز النانوية.

يعتمد استخدام النانو سليلوز العلاقة الهيكلية، الخصائص يتم تصنيفها على نطاق واسع في أنواع مختلفة بما في ذلك السليلوز البلوري الدقيق (MCC)، النانو السليلوز الليفي (NFC)، السليلوز الدقيق الليفي(MFC) ، والبلورات النانوية السليلوزية (CNC).

II.12.أنواع النانو سليلوز

II.1.12. السليلوز الليفي الدقيق (MFC)

يتم التعرف على السليلوز الليفي في شكل سليلوز ناعم يحتوي على ألياف أولية متعددة، التي تحتوي على أبعاد تتراوح من عدد قليل من الميكرونات، ومع ذلك إذا كانت الالياف تمتلك بعدا يتراوح من 10إلى100نانومتر يتم تعيينه كسليلوز نانوي ليفي.

II.2.12. النانو سليلوز الليفي (NFC)

يتم استخدام تعبير السليلوز الليفي النانوي (NFC) للتعبير عن الألياف ذات الأبعاد في نطاق المقياس النانوي، تم التعرف على ليف ابتدائي بقطر (3-5نانومتر) على الرغم من أن (NFC) مجمعة يتراوح قطرها (20-50نانومتر).

II.3.12. السليلوز البلوري الدقيق (MCC)

تم التعرف على السليلوز البلوري الدقيق على أنه هيكل بلوري عالي من الركام المحتوي على السليلوز من الحزم شديدة الترابط بالهيدروجين من الألياف الدقيقة السليلوزية متعددة، وهو مسحوق ناعم بأحجام جسيمات تتراوح بين (10-50 نانومتر) في القطر.

II.4.12. بلورات السليلوز النانوية (CNC)

يصف مصطلح بلورات السليلوز النانوية التكوين البلوري النانوي الشبيه بالقضيب، وبلورة السليلوز النانوية تظهر المستوى المرتفع نسبيا من التبلور حوالي (54–88%) كما أن أبعادها تعتمد على طبيعة المصدر، وعادة ما تمتلك أبعاد نموذجية (3-30 نانومتر) في القطر[4].

II.13.استخدامات السليلوز[16]

يعتبر السليلوز واحد من أكثر المواد الطبيعية استخدامًا وأحد أهم المواد التجارية الخام، أهم مصادره الطبيعية، الألياف النباتية، القطن، الكتان، القنب والجوت جميعها تقريبًا من السليلوز، ومن أهم استخدامات السليلوز هي ما يأتي:

- **صناعة الورق**

يتم فصل السيليلوز بسهولة عن باقي المكونات الأخرى في النباتات نظرًا لكونه غير قابل للذوبان في الماء، وكان أوائل من أوجد طريقة لصنع الورق من السليلوز بكفاءة عالية وجودة جيدة هم الصينيون

وذلك تقريبًا في عام 100م و تتم العملية عبر فصل السليلوز عن الخشب، ومن ثم يتم غسل اللب المتبقي، وتبيضه، وصبه على شبكة اهتزازية، يليها تصريف الماء من اللب، بعد الانتهاء من هذه العملية فإن ما يتبقى هي شبكة من الألياف يتم تجفيفها، وضغطها، وتنعيمها فتتشكل الورق[21].

- **صناعة النسيج**

يتكون القطن الخام بمعدل 91% من مادة السليلوز، تتواجد آلاف الخلايا الليفية على سطح بذرة القطن، تموت هذه الخلايا عند نضج جراب القطن وانفتاحه، تتكون هذه الخلايا بشكل رئيسي من السليلوز؛ فلذلك فإنه من السهل تشكيل الخيوط ونسجها لصناعة الأقمشة، كما ويتم استخدام الكتان والقطن والألياف الطبيعية الأخرى بشكل مباشر أو تتم معالجتها لصناعة الحرير الصناعي[22].

- **الصناعات الغذائية**

تعمل مادة السليلوز كمكمل ألياف في النظام الغذائي، كما يتم استخدامها كمادة مضافة في عدد من المواد الغذائية، كما أنها تُعتبر عامل مضاد للتكتل يتم استخدامه كمادة حافظة للأجبان، كما ويستخدم السليلوز دقيق التبلور والسليلوز المسحوق كمكثفات ومستحلبات ومثبتات للأغذية.

- **المواد المنزلية**

يستخدم في صناعة مرشحات القهوة، والمواد اللاصقة، والإسفنج، وقطرات العين، والمليينات، وأفلام التصوير.

- **مواد البناء**

يستخدم في صناعة أنواع طلاء مقاومة للرطوبة، وكمواد بناء وعازل كهربائي.

صناعة الوقود

استخدم سابقًا السليلوز الموجود في النباتات كمصدر للوقود، كما من الممكن معالجة السليلوز الناتج عن فضلات الحيوانات لصنع وقود البيوتانول الحيوي.

استخدامات متنوعة

قد يشكل القطن القطني أو نترات السليلوز التي يم استخدامها في صناعة المتفجرات، وينتج عند مزجه بمادة الكافور مادة بلاستيكية "السليلويد"؛ تم استخدام هذه المادة في صناعة أفلام الصور المتحركة المبكرة، ولكن كونه شديد الإشتعال فقد استبدل بمواد بلاستيكية أكثر حداثة واستقرار، كما ويستخدمه العلماء في ترشيح المواد السائلة والكروماتوغرافيا ذات الطبقة الرقيقة.

المراجع

المراجع العربية:

[3] رقيق, مصطفى, قويدري, ع. الله, "تحضير خلات السليلوز من المخلفات الزراعية," 2021.

[4] ع. زبيدي, ك. ورخ, س. بوخزة, "استخدام النفايات القائمة على السيليلوز لإمتزاز المعادن الثقيلة من المحاليل المائية: استعراض مقارنــه للإمتزاز ولأليته," 2021.

[5] العايش, جابو, ن. الهدى, "استخلاص السيليلوز من المخلفات النباتية الجريد ومخلفات شجيرات البطاطا لتحظير خلات السيليلوز," 2019.

[7] كريمة, ب. ع. الله, براهيمي, شهيرة, بالشيخة, "استخلاص و تشخيص اللسليلوز من نخيل التمر و أهم تطبيقاته," 2020.

المراجع الأجنبية:

[1] D. Trache, M. H. Hussin, C. T. H. Chuin, S. Sabar, M. N. Fazita, O. F. Taiwo, *et al.*, "Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 93, pp. 7.2016 ,804-89

[2] C. H. Fisher, "Anselm Payen Pioneer in Natural Polymers and Industrial Chemistry," in *Pioneers in Polymer Science*, ed: Springer, 1989, pp. 47-61.

[6] E. Abraham, B. Deepa, L. Pothen, J. Cintil, S. Thomas, M. J. John, *et al.*, "Environmental friendly method for the extraction of coir fibre and isolation of nanofibre," *Carbohydrate polymers*, vol. 92, pp. 1477-1483 .2013

[8] H. Lee, S. B. A. Hamid, and S. Zain, "Conversion of lignocellulosic biomass to nanocellulose: structure and chemical process," *The Scientific World Journal*, vol. 2014, 2014.

[9] A. Hendriks and G. Zeeman, "Pretreatments to enhance the digestibility of lignocellulosic biomass," *Bioresource technology*, vol. 100, pp. 10-18, 2009.

[10] Z. Zhang, I. M. O'Hara, and W. O. Doherty, "Pretreatment of sugarcane bagasse by acid-catalysed process in aqueous ionic liquid solutions," *Bioresource Technology*, vol. 120, pp. 149-156, 2012.

[11] Y. Sun and J. Cheng, "Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review," *Bioresource technology*, vol. 83, pp. 1-11, 2002.

[12] E. Abdel-Halim and S. S. Al-Deyab, "Low temperature bleaching of cotton cellulose using peracetic acid," *Carbohydrate Polymers*, vol. 86, pp. 988-994, 2011.

[13] J. Miron and D. Ben-Ghedalia, "Effect of hydrolysing and oxidizing agents on the composition and degradation of wheat straw monosaccharides," *European journal of applied microbiology and biotechnology*, vol. 15, pp. 83-87, 1982.

[14] X. Zhao, K. Cheng, and D. Liu, "Organosolv pretreatment of lignocellulosic biomass for enzymatic hydrolysis," *Applied microbiology and biotechnology*, vol. 82, pp. 815-827, 2009.

[15] M. Zavrel, D. Bross, M. Funke, J. Büchs, and A. C. Spiess, "High-throughput screening for ionic liquids dissolving (ligno-) cellulose," *Bioresource technology*, vol. 100, pp. 2580-2587, 2009.

[16] P. K. Gupta, S. S. Raghunath, D. V. Prasanna, P. Venkat, V. Shree, C. Chithananthan, *et al.*, "An update on overview of cellulose, its structure and applications," *Cellulose*, pp. 846-1297, 2019.

[17] S .Fischer, K. Thümmler, B. Volkert, K. Hettrich, I. Schmidt, and K. Fischer, "Properties and applications of cellulose acetate," in *Macromolecular symposia*, 2008, pp. 89-96.

[18] G. S. Rekhi and S. S. Jambhekar, "Ethylcellulose-a polymer review," *Drug development and industrial pharmacy*, vol. 21, pp. 61-77, 1995.

[19] J. Shokri and K. Adibkia, "Cellulose-medical, pharmaceutical and electronic applications," *InTech*, 2013.

[20] R. Sun, *Cereal straw as a resource for sustainable biomaterials and biofuels: chemistry, extractives, lignins, hemicelluloses and cellulose*: Elsevier, 2010.

[21] E. Małachowska, M. Dubowik, A. Lipkiewicz, K. Przybysz, and P. Przybysz, "Analysis of cellulose pulp characteristics and processing parameters for efficient paper production ",*Sustainability*, vol. 12, p. 7219, 2020.

[22] N. C. Homem and M. T. P. Amorim, "Synthesis of cellulose acetate using as raw material textile wastes," *Materials Today: Proceedings*, vol. 31, pp. S315-S317, 2020.

الفصل الثاني:

النتائج والمناقشة

III.النتائج والمناقشة

تمهيد

كما ذكرنا سابقا للسيليلوز أهمية كبيرة في المجال العلمي ومن أجل تثمين السليلوز سيتم استخلاصه من عدة مصادر بقايا الطعام ومخلفات النخيل وغيرها وذلك لاحتوائها على ألياف السليلوز النانوية حيث تعددت الطرق والوسائل من أجل استخلاص ألياف السليلوز النانوية من هذه الصادر وسيتم تشخيصه وتحديد معلومات حول بنيته المورفولوجية ونسبة التبلوره.

III.1الدراسة الأولى:

Extraction and characterization of cellulose and cellulose nanofibers from Citrullus colocynthis seeds[1]

III.1.1.طريقة العمل:

يتم فصل بذور الحنظل يدويًا عن الثمار وتجفيفها في درجة حرارة الغرفة لعدة أيام قليلة ،ثم تطحن بخلاط كهربائي للحصول على مسحوق ناعم ،أولا عملية نزع البروتين و ذلك عن طريق خلط البذور المطحونة بمحلول NaOH مائي في نسبة 1:30 (جم / مل) في جهازSoxhletلمدة 24 ساعة عند 70 درجة مئوية ، تم جمع الجزء غير القابل للذوبان عن طريق الطرد المركزي ب 10000 دورة في الدقيقة، عند فترة مدتها 20 دقيقة، ثم تغسل العينة عدة مرات بالماء النقي حتى درجة الحموضة المحايدة و تجفف بالتجميد (85- درجة مئوية، 0.0014 ملي بار، 24 ساعة) للحصول على مسحوق بني فاتح.

ثانيا عملية استخلاص الدهون حيث تم خلط البذور المطحونة بمحلول كلوروفورم / ميثانول وتقليبها لمدة 4 ساعات في درجة حرارة الغرفة، تم جمع الجزء غير القابل للذوبان بالطرد المركزي (10000 دورة في الدقيقة، عند فترة مدتها20 دقيقة)، وغسله ثلاث مرات باستخدام الأسيتون، وأخيراً تمت معالجته (85- درجة مئوية، 0.0014 ملي بار، 24 ساعة) للحصول على مسحوق بني فاتح، ثالثا تمت عملية

التبييض تحضير المحلول المبيض، المكون من مزيج كلوريت مائي ($NaClO_2$1.7%) مع أسيتات الصوديوم عند(PH=4.8) و 8 درجة مئوية خلال 6 ساعات.

بعد ذلك يرشح الجزء الغير قابل للذوبان وغسله عدة مرات بماء نقي حتى درجة حموضة متعادلة وفي الأخير يتم تجفيفه عند (85- درجة مئوية، 0.0014 ملي بار، 24 ساعة) للحصول على مسحوق أبيض.

استخراج ألياف السليلوز النانوية:

تم تقليب ميكانيكي ل 150 ملي جرام من مستخلص الحنظل منزوع الدهون في 7.5 مل من محلول حمض الكبريتيك المائي، في درجة حرارة الغرفة لمدة 30 دقيقة ، بعد ذلك تم تخفيف المعلق بالماء النقي لإيقاف التحلل الحمضي ، و فصل الجزء غير القابل للذوبان عن طريق الطرد المركزي (10000 دورة في الدقيقة ؛ 10 درجة مئوية ،عند فترة مدتها 20 دقيقة) ، و غسلها بالماء النقي حتى درجة الحموضة المحايدة ثم تجفف في (85 – درجة مئوية، 0.0014 ملي بار، 24 ساعة) و تم بعد ذلك تعليق المادة في ماء نقي، و تم معالجتها بالموجات الفوق صوتية (20 كيلو هرتز) خلال 10 دقائق، و أخيراً تم طليها في غشاء بلاستيكي محب للماء 45 ميكرومتر و منه نتحصل على ألياف السليلوز النانوية.

III.2.1.النتائج و مناقشتها:

- ❖ يكشف فحص TEM على نجاح التحلل المائي الحمضي للحصول على جزيئات السليلوز النانوية المستقرة جيدًا والتي لها بنية إبرة من الحنظل.
- ❖ مؤشرات التبلور المحددة لـ السليلوز التجاري (60%) وكانت أعلى من مؤشرات تبلور السليلوز المستخلص من بذور الحنظل (50-49%).
- ❖ استخلاص المادة الدهنية قبل خطوة نزع البروتين أفضل لأنه ينتج عنه سليلوز أنقى.

2.III الدراسة الثانية:

Extraction and characterization of cellulose nanofibers from Rose stems (Rosa spp)[2]

1.2.III.طريقة العمل:

في البداية يتم غسل 10غرام من جذع الورد المجفف بماء منزوع الأيونات، ثم اضافة هذا الأخير إلى 300 مل من الماء منزوع الأيونات عند 70 درجة مئوية مع التحريك المستمر لمدة ساعة واحدة ، ثم تبريده في درجة حرارة الغرفة و ترشيحها على ورق مسامي خشن ، بعد ذلك تجفف الرشاحة في فرن (HCF-45)، لمدة 3 ساعات عند 50 درجة مئوية , تم ارتجاع 8 غرام من المواد مع الإيثانول عند 80 درجة مئوية لمدة 5 ساعات في خرطوشة السليلوز في مجموعة Soxhlet، أولا المعالجة القلوية تمت المعالجة القلوية عن طريق خلط 5 غرام من هذه المادة مع 0.06 لترمن 45 جم / لترNaOH،وتحللها لمدة 2 ساعة عند 80 درجة مئوية ، بعد هذا الوقت تم إيقاف التفاعل عن طريق التبريد في حمام جليدي وتصفيته على ورق ترشيح سميك المسام ،و تجفف المادة الصلبة في فرن (HCF-45) لمدة 5 ساعات عند 50 درجة مئوية، ثانيا تم تبييض المادة المجففة باستخدام مزيج من 5 غرام من المواد الصلبة، و 0.1 لترمن 50 جم / لتر NaOH ، و 0.1 لتر من 160 جم / لترH_2O_2يتحل للمدة 90 دقيقة عند 55 درجة مئوية ، ثم تصفيتها على ورق ترشيح المسام المتوسط وغسله بالماء منزوع الأيونات حتى درجة الحموضة المحايدة ، حيث تجفف المادة الصلبة في فرن(HCF-45) لمدة 15 ساعة عند 50 درجة مئوية.

2.2.III.النتائج و مناقشتها:

- طول الألياف المبيضة 515 ± 209 ميكرومتر، وتراوح قطرها بين 9.5 و28 ميكرومتر.

❖ درجة تبلور CNFs كان 56.2 % تشير القمم التي لوحظت في أنماط حيود الأشعة السينية إلى وجود السليلوز، والنتائج واعدة للاستفادة من المخلفات الزراعية لعزل CNFs وتطبيقها في البوليمر المصفوفات كمواد تقوية.

❖ تفاوتت نسبة العرض إلى الإرتفاع من 10 إلى 70 تقع الألياف النانوية ذات جذع الورد التي تم الحصول عليها في هذه الدراسة ضمن هذه النطاقات.

3.III الدراسة الثالثة:

Novel processing parameters for the extraction of cellulose nanofibre (CNF) from environmentally benign pineapple leaf fibres (PALF) [Structure-property relationships[3]

1.3.III.طريقة العمل:

تم غسل أوراق الأناناس، وتجفيفها على ضوء الشمس وسحقها باستخدام خلاط كهربائي أولا تم معالجة أوراق الأناناس بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بنسبة 2 %مع التقليب المغناطيسي لمدة 4 ساعات عند 100 درجة مئوية بعد ذلك، تغسل العينة بالماء المقطر عدة مرات وتجفف في فرن الهواء، تتكرر هذه العملية مرتين. بعد المعالجة القلوية، خضعت العينات للتبييض باستخدام محلول أسيتات والمكون من27 غ هيدروكسيد الصوديوم و75 مل من حمض الأسيتيك الجليدي المخفف إلى 1 لتر من الماء المقطر وكلوريد الصوديوم المائي (1.7%) وتكرر هذه العملية خمس مرات من اجل إزالة اللجنين والهيميسليلوز، حيث ظهرت العينة المبيضة بيضاء اللون.

2.3.III.النتائج و مناقشتها:

❖ استعمال تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) على أوراق الأناناس وجد أنها تتكون من 3.46% لجنين، 12.31% هيمسيلولوز، 81.27% سليلوز حيث أدى طحن الكرة بمساعدة حمض

الأكساليك لألياف السليلوز حتى 3 ساعات إلى زيادة تبلور النانوسليلوز كما دل على تبلور السليلوز في الرابطة الهيدروجينية بين مجموعات OH^-.

- ❖ تم الكشف عن قطر CNF باستعمال FESEM و HRTEM و تم الحصول على 30-85 نانومتر، 10-50 نانومتر و 420 نانومتر على التوالي و لها شكل يشبه الشبكة.

- ❖ النانوسليلوز المستخرج من أوراق الأناناس باستخدام تجانس الضغط العالي والموجات فوق الصوتية درجة حرارة تحلله أقل 320 درجة مئوية تعود الزيادة في الثبات الحراري إلى فقدان المواد غير السلولوزية وزيادة تبلور CNF المعزول.

4.III الدراسة الرابعة:

Isolation and characterization of cellulose nanofibers fromplant cellulose fibers using a chemical-ultrasonic process[4]

1.4.III.طريقة العمل:

تم استخدام أطوال 10 مم وتم تجفيف العينات بالهواء وتخزينها في درجة حرارة الغرفة تمت إزالة الشمع من النبات بواسطة جهازSoxhlet باستخدام 1:2 خليط من البنزين و الإيثانول لمدة 6 ساعات تم إزالة العينات باستخدام محلول كلوريت الصوديوم المحمض عند 75 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة وتكرر العملية خمس مرات حتى أصبحت المنتجات بيضاء بعد ذلك معالجة العينات في2%من هيدروكسيد البوتاسيوم عند 90 درجة مئوية لمدة ساعتين لإزالة الهيموسليلوز و النشا المتبقي و البكتين، من أجل الحصول على درجة عالية من السليلوز المنقى ثم معالجة العينات مرة أخرى بمحلول كلوريت الصوديوم المحمض عند 75 درجة مئوية لمدة 1 ساعة من أجل الحصول على درجة عالية من السليلوز المنقى تليها معالجة العينات بـ 5%من هيدروكسيد البوتاسيوم عند 90 درجة مئوية لمدة ساعتين و ترشح العينات و شطفها بالماء المقطر حتى تصبح البقايا محايدة.

III.2.4.النتائج و مناقشتها:

- ❖ الحجم الجانبي CNFs المستخلصة من الخشب عرضها 10−20 نانومتر، بينما كان عرض CNFs المستخلصة من خشب البامبو 10−40 نانومتر.
- ❖ تحتوي الألياف الأصلية غير المعالجة على نسبة أعلى من الهيميسليلوز واللجنين، ونسبة أقل من السليلوز مقارنة بالألياف النقية. كانت نسبة السليلوز من الخشب الأصلي، الخيزران، وألياف قش القمح 46.4، 41.8 و 39.8% على التوالي.

III.5. الدراسة الخامسة:

Extraction and Characterization of Rice Straw CelluloseNanofibers by an Optimized Chemomechanical Method[5]

III.1.5.طريقة العمل:

عزل الألياف النانوية

أولاً تم نقع قش الأرز في 17.5%من محلول هيدروكسيد الصوديوم لمدة ساعتين. بعد ذلك، تم غسل العينة بالماء المقطر و خلطها بخلاط لمدة نصف ساعة قبل تجفيفها بالهواء في درجة حرارة الغرفة و حيث يؤدي تغلغل هيدروكسيد الصوديوم في المنطقة غير المتبلورة إلى تحلل الروابط بين الجزيئات في جدران الخلايا النباتية ،ثانيا تم اخضاع العينة المعالجة مسبقا للتحلل الحمضي باستخدام محلول حمض الهيدروكلوريك المخفف لإزالة الهيميسليلوز و المواد الاستخراجية ومناطق السليلوز المتبلورة .حيث تم العمل بمعالجات التحلل المائي في تركيزات حامضية في فترات مختلفة عند 80∓5 درجة مئوية مع سرعة تحريك ثابتة وبعد التحلل المائي، و باستخدام الماء المقطر حتى أصبحت درجة حموضة اللب محايدة وهذه الخطوة متبوعة بتجفيف الهوائي ثالثا تم اخضاع العينة للعلاج القلوي من أجل إزالة اللجنين القابل للذوبان ،الهيميسليلوز المتبقي، والبيكتين، حيث تم معالجة اللب المتحلل بالماء بواسطة هيدروكسيد الصوديوم المخفف 2%لمدة ساعتين عند 80∓5 درجة مئوية مع سرعة تقليب ثابتة متبوعة بالغسيل

والتجفيف، رابعا بعد المعالجة القلوية، ولإكمال عملية التبييض ، تمت معالجة الألياف بمحلول كلوريت الصوديوم 20%عند 50 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة ، وتم تحديد كمية كلوريت الصوديوم بناءً على عدد الألياف، وبعد ذلك ،تم غسل الألياف المبيضة بالماء ثم تجفيفها بالهواء ،خامسا تم تحضير معلق من ألياف السليلوز المنقى كيميائياً في 125 مل من الماء المقطر؛ بعد ذلك تم اخضاع المعلق لعملية الموجات فوق الصوتية عند 400 واط و 20 كيلوهرتز لمدة 30 دقيقة بمسبار أسطواني يبلغ قطره 1.5 سم في حمام مائي / جليدي للتحكم في درجة الحرارة.

III.2.5.النتائج و مناقشتها:

- ❖ أظهرت الخصائص الكيميائية بعد المعالجات القلوية أن نسبة السليلوز قد زادت إلى حوالي 71%.
- ❖ أوضح تحليل XRD أن الظروف المثلى للتحلل المائي الحمضي، 2 مل من محلول حمض الهيدروكلوريك في 25 غ من اللب عند 80∓5 درجة مئوية لمدة ساعتين أدت إلى أعلى تبلور للألياف المتحللة.
- ❖ أظهر التحليل الحراري الوزني (TGA) أنه تم تحسين الخواص الحرارية للألياف المعالجة كيميائيًا وأن درجة حرارة تحلل الألياف المبيضة زادت بنسبة 19% تقريبًا مقارنة بالمواد الأخرى، وهذه الزيادات ناتجة عن إزالة المنطقة الثيمورفورية من الألياف.
- ❖ أظهرت نتائج محلل الصور أن ما يقرب من 50%من الألياف لها قطر في نطاق 70–90 نانومتر وطولها بضعت ميكرومترات وبعد المعالجة الكيميائية، ينتج عن تطبيق عملية الموجات فوق الصوتية لمدة 30 دقيقة بجهد 400 واط شبكات متشابكة من الألياف النانوية.

III.6. الدراسة السادسة:

Extraction of Cellulose Nanofibers via Eco-friendly Supercritical Carbon Dioxide Treatment Followed by Mild Acid Hydrolysis and the Fabrication of Cellulose Nanopapers[6]

1.6.III.طريقة العمل:

أولا عزلCNFsعن طريق التحلل الحمضي الخفيف بمساعدة ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج وذلك بتسخين 500 غ من ألياف الكناف الخام في محلول قلوي يحتوي على 25%من هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) و 0.2%من أنثراكينون(AQ) عند 160 درجة مئوية لمدة 3.5 ساعة و بعد عملية فصل الألياف الكيميائية هذه، تم الحصول على الألياف المعالجة بالقلويات وبعد ذلك، تم غسل هذه الاخيرة بالماء المقطر لإزالة الهيميسليلوز المتحلل و المواد المستخرجة، وتليها معالجة تبييض خالية تمامًا من الكلور (تبييض الأكسجين و تبييض الأوزون و تبييض بيروكسيد الهيدروجين) للتخلص من اللجنين باستخدام 3%بيروكسيد الهيدروجين H_2O_2 و 3%هيدروكسيد الصوديوم(NaOH) و 0.5%كبريتات المغنيسيوم($MgSO_4$)عند 80 درجة مئوية لمدة ساعتين ، ثم تم جمع الألياف المبيضة وغسلها جيدًا في درجة حموضة متعادلة. حيث خضعت الألياف المبيضة لعملية ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج مع 50 ميجا باسكا لعند 60 درجة مئوية لمدة ساعتين كعملية معالجة مسبقة ونتيجة لذلك، تم الحصول على ألياف السليلوز النانوية أخيرًا تم استخدام التحلل المائي الحمضي الخفيف لتجنب السمية، مع تركيز منخفض من حمض الأكساليك بنسبة 5 %، و تم تطبيقه على عملية ثاني أكسيد الكربون فوق الحرج لإنتاج ألياف السليلوز النانوية، وتم إجراء اختبار النفاذيةUV / Vis لمعلقCNF بنسبة 0.3%باستخدام مقياس الطيف الضوئيShimadzu UV- Vis 1650pc عند 400 نانومتر إلى 800 نانومتر باستخدام الماء المقطر

تصنيع ورق السليلوز النانوي باستخدام معلقCNFsالمستخرج

تم استخدام 0.3%من معلقCNFs لتصنيع ورق السليلوز النانوي عن طريق عملية الترشيح الفراغي وتم استخدام مجموعة ترشيح بغشاء إستر السليلوز (قطر 47 مم وحجم مسام 0.45 ميكرومتر) للترشيح

الفراغي لمعلقCNFs، بعد ذلك تم نزع ورق السليلوز النانوي المصنوع من المرشح وتجفيفه لمدة 15 دقيقة عند 60 درجة مئوية.

2.6.III.النتائج والمناقشة:

- ❖ أظهرت صورTEMأنCNFsالمستخرجة لها قطر في حدود 10−15 نانومتر وطول يصل إلى عدة ميكرومتر.
- ❖ أظهر تحليلXRDأن تبلور الألياف قد تحسن بعد كل معاملة وأن مؤشر التبلور المتحصل عليه للألياف الخام والألياف المعالجة القلوية والألياف المبيضة وألياف السليلوز النانوية كانت 33.2%، 54.6%، 88.4%، 92.8%على التوالي.
- ❖ أظهرت صورSEMأنه تمت إزالة الأجزاء غير المتبلورة مثل الهيميسليلوز واللجنين تمامًا بعد المعالجة القلوية والتبييض، على التوالي.
- ❖ ورقة السليلوز النانوية المصنعة لها قوة شد جيدة تبلغ 75.7 ميجا باسكال عند إجهاد 2.45%.

7.III. الدراسة السابعة:

Preparation and characterization of cellulose nanofibers from de-pectinated sugar beet pulp[7]

1.7.III. طريقة العمل:

عزل ألياف السليلوز(CFs) منDSBP

أولا من أجل ازالة ألياف السليلوز(CFs)منDSBPبالعلاج القلوي تم نخل مسحوقDSBP تحت 80 شبكة غربال وتجفيفها لوزن ثابت،تم استخلاص مسحوقDSBPبمزيج من التولونيان والإيثانول لمدة 6 ساعات لإزالة الشمع والدهون وبعد ذلك معالجة العينة مزالة الشمع باستخدام 4% من هيدروكسيد الصوديوم لمدة 2 ساعة،ثم ترشيح المتبقي وغسله بالماء المقطر عدة مرات حتى يصبح الرقم الهيدروجيني متعادلًا ثانيا علاج التبييض بعد المعالجة القلوية حيث تم استخدام عملية التبييض للإزالة

اللجنين والتي تتم بتسخين 5 جم من العينة المعالجة القلوية لمدة ساعة واحدة عند 70–80 درجة مئوية مع 160 مل من الماء المحتوي على 1.5 جرام من كلوريت الصوديوم و 10 قطرات من حمض الخليك الجليدي ، وكررت هذه الخطوة ثلاث مرات و في الأخير ترشيح اللب وغسله بالماء المقطر حتى يصبح الرقم الهيدروجيني متعادلًا.

تحضير ألياف السليلوز النانوية

تم تجانس ألياف اللب المبيضة باستخدام نسبة عالية من الضغط وتم تخفيف العينة ب 0.5%بالماء المقطر بعد ذلك وضعت العينة في خلاط عالي الضغط عند 200 بار وتم استخدام هذه الخطوة لتجنب الانسداد أثناء التجانس، ثم تم تمرير العينة في الخلاط 10 مرات عند 800 بار أخيرًا، تم تجميد العينات المتجانسة للحصول على ألياف السليلوز النانوية.

III.2.7.النتائج و المناقشة:

- ❖ قطر ألياف السليلوز النانوية بعد علاج HPH^- تراوحت من 10<إلى 70 نانومتر،و كانت ألياف السليلوز النانوية علامة –بشكل جيد ($p < 0.05$) استقرار حراري أفضل (تدهور حراري درجة الحرارة = 271.7 درجة مئوية) مقارنة مع DSBP غير المعالج (درجة حرارة الإنحلال الحراري = 224.4 درجة مئوية).
- ❖ درجة حرارة التحلل الحراري لألياف السليلوز النانوية 271.7 درجة مئوية.
- ❖ زيادة تبلور ألياف السليلوز النانوية من 35.67% إلى 69.62%بعد المعالجة القلوية والتبييض.
- ❖ أظهر التحليل الكيميائي و FTIR أن المعالجات الكيميائية كانت فعالة للغاية في إزالة محتويات الهيميسليلوز واللجنين من DSBP مما أدى إلى زيادة محتويات السليلوز من 44.96% إلى 82.83%.

8.III. الدراسة الثامنة:

Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste[8]

1.8.III. طريقة العمل:

تم تحضير السليلوز من مخلفات الشاي عن طريق غلي الماء المقطر بنسبة 0.1 لمدة سبع مرات لإزالة المكونات القابلة للذوبان بمعدل 30 دقيقة في كل مرة، ثم تجفيف نفايات الشاي عند 65 درجة مئوية لمدة 48 ساعة ثم تم طحنها الى مسحوق ، وتم تشتيت العينة باستخدام 10 مول / لتر من هيدروكسيد الصوديوم بنسبة 0.05 وتم تقليبها في دورق لمدة 4 ساعات في 75 درجة مئوية ثم تبرد العينة في 25 درجة مئوية، يرشح الخليط الناتج ويغسل في درجة حرارة الماء المقطر و بعد ذلك، إضافة محلول5%$NaClO_2$ لتعديل درجة حموضة الوسط إلى pH= 4 باستخدام 10 مول / لتر من حمض الهيدروكلوريك ، و تقليب الخليط في دورق لمدة ساعتين عند 75 درجة مئوية ، ثم تبريده إلى 25 درجة مئوية،يرشح الخليط ثم يغسل بالماء المقطر وهذه العملية تليها معالجة التبييض تم بإضافة0.45%H_2O_2 إلى المعلق بنسبة0.05،حيث تم غسل الجلوكوز المعالج بواسطة الإيثانول 95 %و الماء المقطر أخيرًا، تم تجفيف السليلوز بالتجميد الفراغي إلى وزن ثابت وتخزينه عند 4 درجات مئوية.

تحضير مخلفات الشايMCC

تم تحلل السليلوز المحضر من مخلفات الشاي للحصول على MCC من خلال تركيز مختلف من HCl عند درجات حرارة مختلفة ولفترات زمنية مختلفة، ثم تم إنهاء التفاعل عن طريق التبريد باستخدام حجم كبير من الماء البارد بعد ذلك، يرشح الخليط ثم يغسل بالماء المقطر، أخيرًا يتم تجفيف نفايات الشاي بالتجميد الفراغي إلى وزن ثابت و تخزينها عند 4 درجات مئوية، تم إجراء تجربة ذات عامل واحد لتحليل تأثيرات العوامل الخارجة ، بما في ذلك تركيز حمض الهيدروكلوريك ، ودرجة الحرارة و وقت التحلل الحمضي، ثم يتم تحسين العوامل المذكورة أعلاه من خلال تصميم التجربة المتعامد.

تحديدDP ومحصول نفايات الشايMCC

تم حساب عائدMCC بناءً على الوزن فوق السليلوز غير المعالج من نفايات الشاي ويبلغ عنها كنسبة مئوية.

2.8.III.النتائج و المناقشة:

- ❖ الحصول على الحالة المثلى للتحلل المائي (نسبة الحمض في المواد 1:20 ،تركيز حمض الهيدروكلوريك 1.5 مول / لتر، 65 درجة مئوية، 90 دقيقة) ،بينما كان المحصول و DP 86.7%و 145 ،على التوالي.
- ❖ أظهرت نتائج التوصيف أن مخلفات الشاي مشدّة ذات بنية سليلوزية وهي من النوع الأول من السليلوز، وكان لدى ألياف MCC أقص رمع مورفولوجيا شكل سطح خشن وبعض الثقوب على السطح.
- ❖ نتائجSEM أظهر التحليل الحراري أنMCC يتمتع بإستقرار حراري جيد.

9.III. الدراسة التاسعة:

Fabrication and characterization of a starch-based superabsorbent hydrogel composite reinforced with cellulose nanocrystals from potato peel waste[9]

1.9.III. طريقة العمل:

استخراج السليلوز

غسل قشرة البطاطا لإزالة أي تربة أو ملوثات متبقية ، أولا تحضير خليط من الماء المقطر و قشور البطاطا في دورق بنسبة 1:20، ثم تم تقليب الخليط الناتج بواسطة خلاط كهربائي حتى يتم الحصول على معلق متجانس بعد ذلك ، يرشح المزيج المحضر بواسطة منخل بمسام 250 ميكرومتر ثم يغسل بالماء المقطر ، ثانيا تم اخضاع العينة للمعالجة القلوية حيث وضعت المادة الصلبة المتبقية في دورق يحتوي على محلول مائي من هيدروكسيد الصوديوم و تقليبها ميكانيكيًا عند 80 درجة مئوية لمدة2.5

ساعة حيث تكرر عملية المعالجة القلوية ثلاث مرات لضمان القضاء التام على اللجنين ، والهيميسليلوز، و الشوائب الأخرى غير المرغوب فيها، بعد كل عملية، يتم ترشيح اللب بواسطة منخل بمسام 75 ميكرومتر وشطفه لإزالة الشوائب القابلة للذوبان ثالثا تم تبييض المادة الصلبة المتبقية باستخدام$NaClO_2$ محلول مائي في محلول الأسيتات(pH = 4.9)عند 70 درجة مئوية لمدة ساعتين للتخلص من الشوائب العضوية وتم تكرار هذه العملية مرتين أخيرًا ، تم غسل السليلوز المستخرج و تجميده المادة الصلبة المتبقية

تحضير بلورات السليلوز النانوية

تم الحصول على بلورات السليلوز النانوية باستخدام تفاعل التحلل المائي الحمضي، تم تحريض السليلوز المستخرج مسبقًا في محلول مائي مع حمض الكبريتيك بنسبة 64%بواسطة محرك ميكانيكي عند 45 درجة مئوية لمدة ساعة و نصف ثم إضافة كمية مكافئة من الماء المقطر إلى المعلق في نهاية التفاعل ، حيث تم فصل المنتج الصلب الناتج عن المحلول بالطرد المركزي عند 10000 دورة في الدقيقة ولمدة 5 دقائق، تم تكرار هذه العملية بإضافة الماء المقطر حتى يتم الحصول على مادة طافية غير شفافة، و تم سكب المعلق النهائي في كلا الطرفين كيس غشائي وربطه بإحكام ، ثم غمرها في الماء المقطر، تم تغيير وسط الماء المحيط بشكل متكرر حتى تصبح درجة حموضة المعلق pH=6.5 بعد ذلك يجفف المعلق الناتج وتخزينه في قنينة زجاجية مغلقة بإحكام.

III.2.9.النتائج والمناقشة:

- ❖ أظهر مركب الهيدروجيل(بوليمر) امتصاصًا أفضل للماء تحت الحمل مقارنةً بالهلام المائي.
- ❖ أظهرت الدراسات الريولوجية أن مركب الهيدروجيل(بوليمر) يمتلك بنية شبكة ثلاثية الأبعاد.
- ❖ أظهر مركب الهيدروجيل(بوليمر)قابلية انعكاس أفضل لعملية swelling المعتمد على الأس

الهيدروجيني ، وقدرة عالية على الاحتفاظ بالمياه في المحاليل الملحية المختلفة ، وقدرة جيدة على إعادة التدوير.

III.10. الدراسة العاشرة:

Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication[10]

III.10.1. طريقة العمل:

المعالجات الكيميائية

تمت تنقية البقايا من عملية الإسالة بالميكروويف بشكل أكبر كيميائيًا ،أولا تم تبييض المخلفات في محلول 0.1% $NaClO_2$ عند 75 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة و ذلك لإزالة المركبات و الجزيئات الفينولية من اللجنين، تم ترشيح المتبقي وغسله بماء منزوع الأيونات حتى يصبح الرقم الهيدروجيني الخاص به متعادلًا، تليها معالجة المخلفات المرشحة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (0.4%) عند 75 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة لإزالة هيميسليلوز جزئيًا، بعد ذلك ، يتم ترشيح المتبقي وشطفه بالماء منزوع الأيونات حتى يصبح اللب متعادلًا، ثانيا تم نقع البقايا المنقاة كيميائيا في ماء منزوع الأيونات بتركيز 0.2 % وثم تعرضت للموجات فوق الصوتية باستخدام مولد فوق صوتي مجهز بمسبار أسطواني 1.5 سم% حيث تم تنفيذ هذه العملية على تردد 25 كيلوهرتز مع انتاج الطاقة 750 واط لمدة 30 دقيقة. تم إجراء الرجفان بالموجات فوق الصوتية في حمام جليدي، على طوال العملية .

III.10.2.النتائج والمناقشة:

- قطر الألياف النانوية المحضرة باستخدام العمليات الكيميائية الميكانيكية والكيميائية بالموجات فوق الصوتية 15–30 نانومتر و10–40 نانومتر.
- أكدت صور TEM وجود ليفية أولية وحزم ليفية بحجم النانو وحزم ليفية مجمعة وكانت أقطارها في حدود 2–30 نانومتر.

❖كشفت أطياف FTIR وXRD أن الجمع بين تسييل الميكروويف والمعالجة الكيميائية كان أسلوبًا فعالاً لإزالة المواد غير السليلوزية في الخيزران لغرض إنتاج ألياف السليلوز النانوية.

❖تحتوي البقايا التي تم الحصول عليها من التميع عند 120 درجة مئوية / 7 دقائق على محتوى سليلوز بنسبة 70.74%، وهو ما يمثل حوالي 170% من ذلك بالنسبة للخيزران .

❖بعد عرض صور SEM للملاحظة المورفولوجية لجزيئات الخيزران الخام وعينات من تسييل الميكروويف والمعالجات الكيميائية أظهر الخيزران الأصلي حزمًا كبيرة من الألياف وهياكل سليمة وكان قطر عينة الخيزران الخام 567 ± 149 ميكرون.

III.11. الدراسة الحادي عشر:

Cellulose nanofibers from curaua fibers[11]

III.11.1. طريقة العمل:

كانت الألياف المستخدمة في هذه الدراسة من أوراق الكوراوا البيضاء المنزوعة الألياف، والمجففة، والتي تم طحنها في مطحنة السكين بطول تقريبي 2 مم وتم استخدامها.

توصيف الألياف

أولا تمت المعالجة القلوية لألياف الكوراوا حيث تم طحنها إلى حجم يقارب 2 مم ثم تجفف الألياف في فرن تدوير الهواء عند50 درجة مئوية لمدة 24 ساعة، و تمت معالجة العينة مسبقًا بـ 5 و17.5% من محلول NaOH مائي عند 70 درجة مئوية لمدة ساعة تحت التحريض المستمر ، يتم تصفيته بشكل متكرر وغسله بالماء المقطر حتى يصل الرقم الهيدروجيني إلى الحياد، ثم تجفف مرة اخرى في فرن تدوير الهواء على 60 درجة مئوية لمدة 24 ساعة حتى ثبات الوزن، ثانيا تم إجراء ثلاث عمليات تحلل مائي لكل منها الألياف المعالجة ، واحدة بحمض الكبريتيك (H_2SO_4) ، وواحدة مع حمض الهيدروكلوريك (HCl) والآخر بمزيج من أحماض الكبريتيك والهيدروكلوريك حيث تم إجراء أول عملية تحلل حمضي لألياف الكوراوا المعالجة مسبقا باستخدام 5 جم من الألياف في 100 مل من محلول

حمض الكبريتيك 60% عند 45 درجة مئوية تحت التحريك الميكانيكي لمدة 75 دقيقة، وبعد ذلك ، تم تخفيف المعلقات إلى 5 أجزاء في الماء البارد إلى جزء واحد من معلق الحمض، من ثم تم غسل المعلقات المخففة بواسطة الطرد المركزي عند 10000 دورة في الدقيقة لمدة 15 دقيقة لكل منهما، تمت إزالة المادة الطافية من الرواسب واستبدالها بماء مقطر، تم تقليب المعلق وترشيحه ،و تم غسل الرشاحة بالماء لإزالة الحمض و اكتملت هذه العملية عندما وصل المعلق إلى الحياد و تقليبه بقوة لمدة ساعة واحدة وبعد إضافة عدة قطرات من الكلوروفورم ، تم تخزينه في ثلاجة ، ثم إجراء العملية الثانية للتحلل المائي الحمضي باستخدام محلول حمض الهيدروكلوريك 36.5% عند 45 درجة مئوية ، تحت التحريك الميكانيكي لمدة 75 دقيقة، وكانت الخطوات التالية هي نفسها بالنسبة للعملية الأولى وتمت العملية الثالثة للتحلل المائي الحمضي بمزيج من محاليل حمض الكبريتيك وحمض الكلوريك المائي عند 45 درجة مئوية ، تحت التحريك الميكانيكي لمدة 75 دقيقة ، كانت الخطوات التالية هي نفسها بالنسبة للعملية الأولى، تم تجفيف أجزاء من المعلقات المحايدة في عملية التجفيف تحت التجمد.

III.2.11.النتائج والمناقشة:

- قدمت جميع ألياف الكوراوا curaua الناوية جانباً شبيهاً بالقضيب قطر (D) وطول (L) في حدود 6–10 نانومتر و80–170 نانومتر على التوالي، مما يعطي نسبة عرض على ارتفاع (L / D) حوالي 13–17.
- السليلوز الذي بكثافة 1.5 جم /سم $^{-3}$وشكل الألياف النانوية الشبيه بالقضيب، بمتوسط طول 125 نانومتر وقطره 8 نانومتر، يمكن حساب أن كل ألياف نانوية في هذا البعد تزن حوالي $9x\ 10^{-18}$ جم.
- تؤدي الإزالة الحرارية للمكونات غير السليلوزية (المكونات غير المتبلورة) إلى سلاسل أكثر تنظيماً من السليلوز.

III.12. الدراسة الثانية عشر:

Entangled cellulose nanofibers produced from sugarcane bagasse via alkaline treatment, mild acid hydrolysis assisted with ultrasonication[12]

III.12.1. طريقة العمل:

تحضير ألياف السليلوز النانوية (CNFs) من تفل قصب السكر (SCB)

تم تنظيف الألياف بالماء المقطر لإزالة الأوساخ وتركها في فرن لتجف عند 55 درجة مئوية لمدة72 ساعة، بعد ذلك، خضعت الألياف لعملية طحن لتقليل حجم الألياف إلى شكل حبيبي بحجم 100 مم باستخدام خلاط كهربائي.

أولا العلاج القلوي: تم وضع SCB ألياف تفل قصب السكر في دورق سعة 1 لتر مملوء بمحلول 2% هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) ، تم بعد ذلك تسخين الخليط في حمام مائي عند 80 درجة مئوية لمدة 5 ساعات لإنتاج بقايا صلبة بيضاء، حيث تم ترشيح المخلفات الصلبة وغسلها بماء منزوع الأيونات حوالي ثلاث مرات أثناء عملية الترشيح باستخدام مضخة تفريغ لفصل الراسب الأبيض من خليط المحلول. تكررت العملية مع 12% هيدروكسيد الصوديوم عند 80 درجة مئوية لمدة ساعة.

ثانيا التبييض والتحلل المائي: تم إذابة الياف تفل قصب السكر SCB المعالج قلويا في 200 مل من بيروكسيد الهيدروجين المائي (H_2O_2) عند 75 درجة مئوية لمدة 15 دقيقة حيث تم غسل العينات المبيضة وترشيحها حوالي ثلاث مرات باستخدام مضخة تفريغ لإزالة جميع الشوائب. ثم معالجتها بمحلول 1 % H_2SO_4عند 80 درجة مئوية لمدة ساعة، بعد كل معالجة يتم غسل وترشيح العينات عشر مرات لإزالة جميع الشوائب، ثم تخزين العينات المعالجة في الثلاجة عند 4 درجات مئوية حتى مزيد من المعالجة.

ثالثا الموجات فوق الصوتية: تعرضت العينات المعالجة لعملية بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعتين بسعة محددة 70%وفي هذه العملية، ثم وضع قوارير العينات المعالجة في حمام مائي لتجنب مشاكل ارتفاع درجة الحرارة، بعد ذلك تم فصل عينات مزيج السليلوز عن الكريات باستخدام جهاز طرد مركزي بسرعة دوران تبلغ 10000 دورة في الدقيقة لمدة 15 دقيقة قبل تخزينها في الثلاجة عند 4 درجات مئوية حتى المعالجة اللاحقة.

2.12.III.النتائج والمناقشة:

- تم تحديد تبلور النانو سليلوز بإستخدام برنامج تحليل XRD تبلغ نسبة التبلور النانوي لـ 42% SCB قد يكون المؤشر البلوري المنخفض ناتجًا عن عدد كبير من المناطق النانوية البلورية السليمة المتبقية مما يؤدي إلى نسبة عرض إلى ارتفاع عالية لعناصر السليلوز .
- تم الحصول على قضيب السليلوز بأبعاد 170− 35 نانومتر بعد المعالجة القلوية التي أعقبها التحلل المائي بحمض الكبريتيك المركز 60% .
- عينات SCB التي عولجت قلوية متبوعة بالتحلل الحمضي ووقت الموجات فوق الصوتية الطويل أليافًا ذات بنية طويلة متجانسة على شكل قضيب.
- تم فصل الألياف المنتجة بشكل متجانس وتكون أبعادها ضمن نطاق النانومتر حيث تشير هذه النتيجة إلى أن المعالجة القلوية وعملية التبييض متبوعة بالتحلل المائي الحمضي الخفيف جنبًا إلى جنب مع عملية الموجات فوق الصوتية التي أدت إلى الفصل الألياف الدقيقة من حزم الألياف، مما يؤدي إلى توزيع منتظم للألياف ويتراوح متوسط قطر SCBمن 20 إلى 30 نانومتر، يصل طول الألياف إلى بضعت ميكرومترات.

13.III. الدراسة الثالثة عشر:

Preparation and characterization of cellulose nanofibers from partly mercerized cotton by mixed acid hydrolysis[13]

1.13.III. طريقة العمل:

تم تقطيع ألياف القطن بالكامل إلى قطع صغيرة بطول 2 مم، وخلطها مع هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 5-25% عند 150 درجة مئوية لمدة 3 ساعات لإزالة الشمع والشحوم، حيث أدت عملية المرسرة إلى انتفاخ ألياف القطن وجعلها أكثر سهولة في الوصول إلى الكواشف الحمضية أخيرًا ، تم غسل ألياف القطن المرسرة باستخدام الماء المقطر حتى تصل ph=7

تحضير ألياف السليلوز النانوية:

تم تحلل ألياف القطن المعالجة سابقا في محلول مكون من 5% H_2SO_4 و 5% حمض الهيدروكلوريك لمدة 0-12 ساعة وعند 80 درجة مئوية تحت تأثير مشترك من التحريض بالموجات فوق الصوتية والميكانيكية حتى تشكل معلق،حيث تم غسل هذا الاخير بالتناوب وفصله بالطرد المركزي عند 10000 دورة / دقيقة حتى تصل درجة حموضة الوسط الي هذا المجال 6-7 ، و في نهاية التجربة يتم غسل المنتجات باستخدام الإيثانول ، عند درجة حرارة الغرفة لمدة 6 ساعات و متبوعة بعملية تجفيف عند 60 درجة مئوية لمدة 4 ساعات

2.13.III.النتائج والمناقشة:

- ❖ يتكون الهيكل الشبيه بالشبكة من العديد من الألياف الدقيقة في حالة متشابكة، يبلغ طولها مئات الميكرومترات تقريبًا وعرضها من 100 إلى 300 نانومتر.
- ❖ ألياف القطن المتحللة بالماء لمدة 1.5 ساعة كانت تتكون من عدد من ألياف القطن القصيرة والمزيد من الهياكل الشبيهة بالشبكة أو المسامية المبنية مع العديد من الألياف الدقيقة بطول بضعت ميكرومترات وعرض 100 نانومتر.
- ❖ ألياف السليلوز النانوية المصنعة من ألياف قطنية والمرسرة جزئياً بواسطة حامض التحلل المائي يبلغ قطرها70 نانومتر وأطوال ما يقرب من 400 نانومتر.

❖ أشارت قيم مؤشر الأشعة تحت الحمراء XRD المنخفضة إلى أن التحلل المائي للحمض يقلل من مجموعات هيدروكسيد الهيدروجين على البلورة السطحية.

14.III. الدراسة الرابعة عشر:

Simple centrifugal fractionation to reduce the size distribution of cellulose nanofibers[14]

1.14.III. طريقة العمل:

تم استخراج CNF عن طريق أخذ مزيج من طريقة أكسدة TEMPO وطريقة تصادم العداد المائي (ACC) ، تم وضع عجينة في ماء منزوع الأيونات حتى زيادة حجمها لمدة يوم واحد ثم تفكك بواسطة الخلاط في10 دقائق، حيث تم خلط 5 جم من السليلوز و 0.0625 جم من TEMPO 0.625 جم من NaBr و ماء منزوع الأيونات عند درجة حرارة الغرفة للحصول على معلق400 جم، و من أجل التحكم في درجة حموضة الوسط عندpH=12 تم إضافة 0.5 مولار من محلول هيدروكسيد الصوديوم، بعد 60 دقيقة تم إيقاف تفاعل الأكسدة بإضافة 0.5 مولار هيدروكلوريد إلى درجة حموضة الوسط عندPH=7، من ثم يتم ترشيح السليلوز المؤكسد بواسطة ورق ترشيح بحجم مسام 0.45 ميكرومتر لغسله من بقايا المواد الكيميائية و في النهاية ، تم تفكيك السليلوز المؤكسد باستخدام آلة ACCNAC-100 .

2.14.III.النتائج والمناقشة:

❖ أظهرت نتائج TEM أن طول وقطر البلورات الدقيقة CNF كان حوالي 150 نانومتر و13 نانومتر، على التوالي، مما يدل على أن CNF لديه درجة عالية من التوحيد، وكشف عن بنية البلورات الدقيقة فيCNF .

❖ نتائج UV-vis ، في نطاق الضوء المرئي (740–380 نانومتر) أظهرت أن المادة الطافية أعلى شفافية وكان المترسب أقل شفافية ، والتي كانت 98.8% و 57.6% على التوالي كما أظهر الراسب أدنى درجة تبلور و بعد إزالته ، يكون تبلورCNF (90.3%).

❖ أشارت نتائج تحليل التحليل الطيفي FT-IR ونتائج تحليل محتوى الكربوكسيل إلى أن طريقة تجزئة الطرد المركزي لم تغير CNF نفسها وفصلت فقط CNF المتجانس.

15.III. الدراسة الخامسة عشر:

Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from pineapple crown waste and their potential uses[15]

1.15.III. طريقة العمل:

تحضير ألياف PCL

تم عزل أوراق تاج الأناناس PCL ، من نبتة الأناناس ، وتم استخراج ألياف PCL يدويًا من كل ورقة، قبل إزالة المركبات غير السليلوزية من خلال معاملات التبييض و المرسرة، تم غمر ألياف PCL في ماء منزوع الأيونات عند80 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة وتحت التحريك المستمر بعد ذلك تم غسلها بالماء لإزالة السكريات والشوائب القابلة للذوبان، تم تقطيع ألياف PCL المجففة في100 درجة مئوية لمدة 3 ساعات إلى قطع صغيرة (حوالي 5 مم)، أولا مرسرة ألياف PCL وذلك بمعالجة 1 جم من ألياف PCL باستخدام 20 مل من محلول NaOH بنسبة 5% عند 90 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة مع التقليب الدائم، ثم يبرد الخليط عند درجة حرارة الغرفة بعد ذلك تغسل ألياف PCL المرشحة بماء منزوع الأيونات حتى درجة حموضة متعادلة، بعد ذلك يتم تجفيف ألياف PCL عند 60 درجة مئوية ثانيا تم تبيض العينة لإزالة الهيميسليلوز المتبقي واللجنين ، تمت معالجة 1 غرام من PCL بـ 40 مل من خليط 16% H_2O_2 و 5% هيدروكسيد الصوديوم عند 55 درجة مئوية لمدة 90 دقيقة ، تحت التحريك بعد ذلك ، يبرد الخليط عند درجة حرارة الغرفة ويرشح تحت ضغط منخفض و يتم غسل PCL المبيض بالماء منزوع الأيونات حتى pH=5 ، ثم تجفيفها عند 60 درجة مئوية.

عزل CNC

تم عزل CNC من ألياف PCL بطريقة التحلل المائي الحمضي، حيث يبرد 60% من محلول H_2SO_4 في حمام جليدي عند صفر درجة مئوية، ويضاف PCL المجفف ببطء إلى المحلول الحمضي مع التقليب السريع، ثم يسخن الخليط عند 45 درجة مئوية لمدة ساعة مع التقليب السريع أيضا ولإيقاف التفاعل ، تم تبريد المعلق في حمام جليدي ، وتمت إضافة ماء الجليد منزوع الأيونات (500 مل) لتخفف محلول الحمض مما ينتج عنه مادة طافية عكرة وتم غسل معلق CNC بماء منزوع الأيونات بواسطة عمليات طرد مركزي متتالية (9000 دورة في الدقيقة لمدة 9 دقائق) لإزالة فائض الحمض، حتى الوصول إلى ph=5، تم إجراء غسيل الكلى بالماء منزوع الأيونات لإزالة جزيئات الحمض الحرة من المعلق حتى درجة الحموضة المحايدة أخيرًا ، تم استخدام نظام التعليق CNC بالموجات فوق الصوتية لمدة 5 دقائق وحفظه في الثلاجة حتى الإستخدام.

III.2.15.النتائج والمناقشة:

- أظهر SEM و AFM أنه تم تقليل قطر ألياف PCL من 18 ميكرومتر إلى 39 نانومتر بعد تفاعل التحلل المائي، مما أدى إلى تشكيل CNC ذات شكل يشبه القضيب.
- أظهر CNC بنية بلورية من السليلوز وزاد مؤشر التبلور للسليلوز من 53 إلى 73 % وبدأ التحلل الحراري لـ CNC عند 124درجة مئوية، ويعزى ذلك إلى مجموعات الكبريتات المحددة بواسطة التحليل الأولي.
- تم استخلاص بلورات السليلوز النانوية من نفايات PCL من خلال عملية التبييض متبوعًا بالتحلل المائي الحمضي حيث أكدت نتائج FTIR عند هذه العلاجات تم إزالة المركبات غير السليلوزية من PCL .

16.III. الدراسة السادسة عشر:

Extraction of cellulose nanofibers from cocos nucifera var aurantiaca peduncle by ball milling combined with chemical treatment[16]

1.16.III. طريقة العمل:

استخلاص الألياف

تم استخراج CAPF باستخدام عملية سحب الماء من السويقات، في البداية تم سحق السويقات قليلاً ثم غمرها في الماء والإحتفاظ بها لمدة ثلاثة أسابيع لتقليل قوة الترابط بين الألياف بعد ذلك، تم جمع العقدة من الماء وضربها بمطرقة خشبية رأسية مستديرة لإزالة اللب، وبالتالي تم فصل خيوط الألياف تم غسل الألياف المستخرجة جيدًا بالماء، حيث تم تجفيف هذه الأخيرة في ضوء الشمس لمدة يومين تقريبًا، وأخيراً تمشيطها بأسنان معدنية للحصول على ألياف موحدة والحصول على حوالي 120–150 جرامًا من الألياف.

استخراج CMFs

تم تقطيع CAPFs ناعماً في مطحنة الدقيق بسرعة 850 دورة في الدقيقة لمدة 15 دقيقة، تم بعد ذلك إعادة تدفقه بـ C_2H_5 OH-C_7H_8بنسبة 1: 2 لمدة 240 دقيقة عند 70 درجة مئوية في جهاز Soxhlet لإزالة الشمع من الألياف، تم إجراء عملية إزالة اللجنين باستخدام 0.7% بالوزن من $NaClO_2$ في محلول خليك لتحقيق قيمة pH من 4 إلى 4.5 عن طريق إضافة حيث CH_3COOH تمت إضافة الألياف مزالة الشمع ونسبة خمور الألياف 2: 100 (جم / جم في المحلول المتجانس أعلاه ثم غليها عند 100 درجة مئوية لمدة 120 دقيقة. ثم يُترك الخليط ليبرد ويُرشح باستخدام ورق ترشيح، بعد ذلك تغسل الألياف في 2% $NaHSO_3$ من وماء منزوع الأيونات لعدة مرات للوصول إلى درجة حموضة متعادلة، ثم تجفيف هولوسليلوز الخام المستخلص عند 120 درجة مئوية في فرن لمدة 120 دقيقة ثم تمت معالجته باستخدام 17.5% (وزن / حجم) هيدروكسيد الصوديوم عند 30 درجة مئوية لمدة

35 دقيقة وبعد الإستخلاص، تم غسل السليلوز ألفا بنسبة 10% من CH_3COOH ثم بالماء منزوع الأيونات وي تم تجفيف العينات المغسولة في فرن هواء ساخن عند 100 درجة مئوية لمدة 120 دقيقة لتحافظ على الوزن الثابت، أخيرًا يتم معالجة السليلوز المستخرج بـ 80% CH_3COOH و 70% HNO_3 (نسبة 10: 1) عند 120 درجة مئوية لمدة 15 دقيقة، بعد ذلك تبريد الخليط ومعالجته بـ 95% بالوزن C_2H_5OH وماء مقطر للحصول على قيمة الأس الهيدروجيني المتوقعة من 6 – 6.5 ،تم حفظها في فرن هواء ساخن للتجفيف عند 102 درجة مئوية لمدة 24 ساعة لإزالة الرطوبة الزائدة.

تحضير CNFs

تم إجراء عملية الطحن الرطب في الماء منزوع الأيونات باستخدام كرة قطرها 0.6 مم، تم تحميل CNFs الطاحونة بمعدل 1 :60 بسرعة 850 دورة في الدقيقة (سرعة حامل الكوكب) عند الضغط الجوي (0.1 ميجا باسكال) ودرجة حرارة الغرفة 30 درجة مئوية، بعد عملية الطحن تم جمع شكل ملاط النانو سليلوز وغسله بواسطة أجهزة الطرد المركزي بسرعة 5000 دورة في الدقيقة بقوة طرد مركزي نسبية تبلغ 4612 × جم لمدة 20 دقيقة وتكررت هذه العملية أربع مرات أخيرًا ، تم اخضاع CNFs الى عملية الموجات الفوق صوتية التي تم الحصول عليها باستخدام مسبار 750 واط لمدة 10 دقائق (نبضة 3 ثوانٍ عند إيقاف تشغيل 2 ثانية) بسعة 60%، تم الاحتفاظ معلق CNFs الموصوف بالصدمات داخل الفرن ببساطة للتجفيف عند درجة حرارة 105 درجة مئوية لمدة 24 ساعة تقريبًا وتم أخذ المعلق لمزيد من التحليل. تم العثور على محصول CNFs ليكون 74.2% بالوزن من CMFs المجففة.

2.16.III.النتائج والمناقشة:

- أظهرت النتائج ظهور CNFs في بنية تشبه الويب بعرض 55-64 نانومتر،تم إجراء تأثير تقوية CNFs في مصفوفة الايبوكسي ، والتي زادت قوة شدها بنسبة 37% عندما تم تحميل 2% بالوزن من CNFs في المصفوفة.
- أظهر تحليل EDX أن محتوى الكربون في CNFs قد تحسن من 45.78% بالوزن إلى 69.2% بالوزن من خلال العملية المشتركة للمعالجة الكيميائية والطحن.
- أظهرت نتائج TGA وDTG أن درجة حرارة الثبات الحراري لتحلل CNFs انخفضت قليلاً، من 250 درجة مئوية (CAPFs) إلى 230 درجة مئوية.

III.17. الدراسةالسابعة عشر:

Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers from the Aquatic Weed Water Hyacinth: Eichhornia crassipe[17]

III.17.1. طريقة العمل:

في البداية، تم إزالة الشمع من الأعشاب المائية المقطعة في جهاز soxhlet مع خليط 0.5 من التولوين / الإيثانول لمدة 6 ساعات، تم تبييض الألياف منزوعة الشمع وغليها مع 3% من محاليل كلوريت الصوديوم عند ph=4، لمدة 3 ساعات عند 80 درجة مئوية وتركها لتستقر طوال الليل. تكررت العملية مرتين ، حيث تم غسل العينة بالماء المقطر من أجل التخلص من الأحماض والأنسجة البيضاء، إزالة الهيميسليلوز من الأنسجة التي تم الحصول عليها باستخدام1 % من محلول هيدروكسيد الصوديوم عند 60 درجة مئوية لمدة 24 ساعة ، بعد فصل العينات وغسلها بالماء المقطر و إزالة اللجنين باستخدام 1% من محلول كلوريت الصوديوم مع التحريك عند 75 درجة مئوية لمدة 48 ساعة ؛ تم فصل العينات وغسلها بالماء المقطر، و إزالة الهيميسليلوز المتبقي ونتج عن ذلك ألياف سليلوز نقية عن طريق معالجة بـ 5% من محلول هيدروكسيد الصوديوم عند 55 درجة مئوية لمدة 24 ساعة مع التقليب المستمر. أخيرًا تم التخلص من المخلفات التي تم الحصول عليها وغسلها بماء مقطر خالٍ من القلويات.

المعالجة الميكانيكية

تم تفكيك العينات المعالجة كيميائياً بشكل أكبر عن طريق المعالجة الميكانيكية باستخدام قص عالي ، ونقل الطاقة عالي وتأثير عالي، أولا تم تجفيف ألياف السليلوز المنقى التي تم الحصول عليها من العملية الكيميائية ، عند 100 درجة مئوية لمدة 24 ساعة ، تليها عملية ميكرون لألياف صفير الماء باستخدام طاحونة كروية للطرد المركزي (RetschPM100) ، في دورق سعته 50 مل ، تم استخدام 5 جم من العينة وطردها عند 550 دورة في الدقيقة لمدة 20 دقيقة، ثانيا تم تشتيت ألياف المطحونة سابقا في الماء وتبريدها باستخدام مدقة عن طريق تطبيق تأثير عالي ثم اخضاعها للموجات فوق الصوتية لمدة 15 دقيقة للحصول على تشتت موحد للألياف النانوية في الماء ثم يتم تحويل المعلقات الصوتية للحصول على ألياف السليلوز النانوية.

III.2.17.النتائج والمناقشة:

- قيم تحليل TEM أن الألياف النانوية المعزولة يبلغ قطرها 25 نانومتر وطولها بالميكرومتر.
- أكدت أطياف FTIR إزالة اللجنين والهيميسليلوز عند معالجتها بمحلول كلوريت الصوديوم و هيدروكسيد الصوديوم تحت فترات زمنية مختلفة عند درجات حرارة مناسبة.
- قيم تحليل TEM أن الألياف النانوية المعزولة يبلغ قطرها 25 نانومتر وطولها بالميكرومتر.
- تحليل SEM أظهر أن الألياف السيليلوز النانوية الناتجة لها قطر 20–100 نانومتر.

المراجع:

[1] I. Kouadri and H. Satha, "Extraction and characterization of cellulose and cellulose nanofibers from Citrullus colocynthis seeds," *Industrial Crops and Products*, vol. 124, pp. 787-796, 2018.

[2] S. Ventura-Cruz and A. Tecante, "Extraction and characterization of cellulose nanofibers from Rose stems (Rosa spp.)," *Carbohydrate polymers*, vol. 220, pp. 53-59, 2019.

[3] L. Ravindran, M. Sreekala, and S. Thomas, "Novel processing parameters for the extraction of cellulose nanofibres (CNF) from environmentally benign pineapple leaf fibres (PALF): structure-property relationships," *International journal of biological macromolecules*, vol. 131, pp. 858-870, 2019.

[4] W. Chen, H. Yu, Y. Liu, Y. Hai, M. Zhang, and P. Chen, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from four plant cellulose fibers using a chemical-ultrasonic process," *Cellulose*, vol. 18, pp. 433-442, 2011.

[5] B. Nasri-Nasrabadi, T. Behzad, and R. Bagheri, "Extraction and characterization of rice straw cellulose nanofibers by an optimized chemomechanical method," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 131, 2014.

[6] M. Atiqah, D. A. Gopakumar, O. FAT, Y. B. Pottathara, S. Rizal, N. Aprilia, *et al.*, "Extraction of cellulose nanofibers via eco-friendly supercritical carbon dioxide treatment followed by mild acid hydrolysis and the fabrication of cellulose nanopapers," *Polymers*, vol. 11, p. 1813, 2019.

[7] M. Li, L.-j. Wang, D. Li, Y.-L. Cheng, and B. Adhikari, "Preparation and characterization of cellulose nanofibers from de-pectinated sugar beet pulp," *Carbohydrate Polymers*, vol. 102, pp. 136-143, 2014.

[8] T. Zhao, Z. Chen, X. Lin, Z. Ren, B. Li, and Y. Zhang, "Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste," *Carbohydrate polymers*, vol. 184, pp.2018 ,170-164 .

[9] A. Olad, F. Doustdar, and H. Gharekhani, "Fabrication and characterization of a starch-based superabsorbent hydrogel composite reinforced with cellulose nanocrystals from potato peel waste," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 601, p. 124962, 2020.

[10] J. Xie, C.-Y. Hse, F. Cornelis, T. Hu, J. Qi, and T. F. Shupe, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication," *Carbohydrate polymers*, vol. 151, pp. 725-734, 2016.

[11] A. C. Corrêa, E. de Morais Teixeira, L. A. Pessan, and L. H. C. Mattoso, "Cellulose nanofibers from curaua fibers," *Cellulose*, vol. 17, pp. 1183-1192, 2010.

[12] M. Asem, D. N. Jimat ,N. H. S. Jafri, W. M. F. W. Nawawi, N. F. M. Azmin, and M. F. Abd Wahab, "Entangled cellulose nanofibers produced from sugarcane bagasse via alkaline treatment, mild acid hydrolysis assisted with ultrasonication," *Journal of King Saud University-Engineering Sciences*, 2021.

[13] Y. Li, G. Li, Y. Zou, Q. Zhou, and X. Lian, "Preparation and characterization of cellulose nanofibers from partly mercerized cotton by mixed acid hydrolysis," *Cellulose*, vol. 21, pp. 301-309, 2014.

[14] L. Zhai, H. C. Kim, J. W. Kim, and J. Kim, "Simple centrifugal fractionation to reduce the size distribution of cellulose nanofibers," *Scientific reports*, vol. 10, pp. 1-8, 2020.

[15] K. S. Prado and M. A. Spinacé, "Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from pineapple crown waste and their potential uses," *International journal of biological macromolecules*, vol. 122, pp. 410-416, 2019.

[16] K. Nagarajan, A. Balaji, and N. Ramanujam, "Extraction of cellulose nanofibers from cocos nucifera var aurantiaca peduncle by ball milling combined with chemical treatment," *Carbohydrate polymers*, vol. 212, pp. 312-322, 2019.

[17] M. T. Sundari and A. Ramesh, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—Eichhornia crassipes," *Carbohydrate Polymers*, vol. 87, pp. 1701-1705, 2012.

الخاتمة

يركز العمل المقترح بشكل أساسي على استكشاف طرق التصنيع الأخضر للإستفادة من الكتلة الحيوية للمواد ذات الأهمية العالية والخصائص الفريدة من الناحية البيولوجية والصناعية، هذه الطرق أقل اعتمادا للمواد الكيميائية تعتمد طاقة أقل للإنتاج، خالية تقريبا من أي مخاطر صحية والمشاكل البيئية فهي بدرجة أولى تخلص البيئة من النفايات النباتية وبدرجة ثانية لا تترك طرق معالجتها مواد كيميائية.

استنادا للبحث الوثائقي أثبت أنه قد تم عزل ألياف السليلوز النانوية بنجاح من عدة مصادر" أوراق الأناناس، قشور البطاطا، قشور البرتقال، ألياف القطن، والذرة، والخيزران، أعشاب صفير الماء، بذور الحنطل، فول الصويا، الطحالب، جوز الاريكا، قشور الخيار و قشور الثوم و شاي أولونغ ، قصب السكر، قش الأرز ولب البنجر السكري...

تكشف النتائج التي توصلنا إليها عن مسار جديد لعزل الألياف النانوية للسليلوز التي تستند إلى الإستفادة من المخلفات الزراعية والكيمياء الخضراء وتطبيقها في المجالات الطبية الحيوية، التعبئة والتغليف والأجهزة الإلكترونية وما إلى ذلك، حوصلة أن استخدام النفايات الزراعية، الأحماض المعدنية، طرق عزل مجانية صديقة للبيئة ومواد خام منخفضة التكلفة هي تقنيات جديدة أكثر ملائمة من الناحية البيئية وهي واقع مستدام، وتفتح أفاق صناعية وطبية واسعة جدا.

التوصيات والآفاق المستقبلية:

- تثمين النفايات النباتية واستخلاص المواد الفعالة.
- تثمين استخدام السليلوز المستخلص من النفايات في العديد من المجالات.
- يعتبر السليلوز المستخلص من النفايات مادة ذات أفاق واعدة في عملية الامتزاز في مجال معالجة المياه.

- تحسين خصائص السليلوز " السطح...." أو إضافة مواد ممتزة أخرى: الطين، الشيتوزان، قواعد شيف من أجل تحقيق كفاءة معالجة المياه أفضل.
- البحث عن مواد أخرى مستخلصة من الكتلة الحيوية وذات مصادر متجددة.

ملخص

إن تطوير الطرق الخضراء والمستدامة لتحرير ألياف السليلوز البلورية الدقيقة من جدران الخلايا النباتية له أهمية كبيرة لتمكين تطوير الإنتاج الواسع النطاق للمواد النانوية القائمة على الموارد المتجددة، و تعد ألياف السليلوز النانوية CNFs التي تنتمي إلى مجال المواد النانوية الأحدث، تحظى بإهتمام متزايد بين الباحثين بسبب خصائصها المستدامة بيئيًا مثل التحلل البيولوجي ، والتوافق الحيوي ، تهدف هذه المراجعة إلى إكتشاف مختلف طرق استخلاص ألياف سيليلوز النانوية من مختلف مخلفات الزراعية و كذلك حول مصادر استخلاص ألياف السليلوز المختلفة وطرقها كما سنسلط الضوء على أهم النتائج و طرق تفسيرها .

الكلمات المفتاحية: ألياف السيليلوز النانوية، استخلاص ، طرق صديقة للبيئة ، DRX.

Abstract

The development of green and sustainable methods for liberating microcrystalline cellulose fibers from plant cell walls is of great importance to enable the development of large-scale production of nanomaterials based on renewable resources. Environmentally sustainable materials such as biodegradation, and biocompatibility, this review aims to discover the different methods of extracting cellulose nanofibers from various agricultural wastes, as well as about the sources and methods of extracting different cellulose fibers, and we will highlight the most important results and methods of their interpretation.

Keywords: Cellulose nanofibers, extraction, eco-friendly methods, DRX.