



بهینه سازی استخراج سلولز از باگاس نیشکر و مقایسه کمیت و کیفیت آن با سایر منابع ضایعاتی سلولز

پویا رضوانی^۱، علی فروهر^۲، حامد صابریان^{۳*}

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه صنایع غذایی، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان

۲- دکتری، استادیار گروه صنایع غذایی، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان

۳- دکتری، استادیار گروه پژوهشی فرآوری پسماند و ضایعات کشاورزی، جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان، اصفهان

چکیده

اطلاعات مقاله

ضایعات کشاورزی حاوی موادی ارزشمندی از قبیل سلولز می باشند. استخراج سلولز از زیست توده لیگنوسلولزی و ضایعات کشاورزی از قبیل کاه گندم، باگاس نیشکر، برگ درختان، خاک اره و غیره می تواند در بهبود زنجیره ارزش کشاورزی مهم باشد. هدف از این پژوهش، بهینه سازی فرآیند استخراج سلولز از باگاس نیشکر از نظر غلظت هیدروکسید سدیم (۱-۱۰ درصد)، نسبت حلال به جامد (۱:۱۰ تا ۱:۲۰ میلی لیتر بر گرم) و زمان فرآیند (۱ تا ۳ ساعت) و بررسی تاثیر آن بر کمیت و کیفیت سلولزهای حاصل بود. سپس شرایط بهینه استخراج برای سایر ضایعات لیگنوسلولزی اعمال شد و سلولزهای حاصل با یکدیگر مقایسه شدند. با کاهش غلظت سود از ۱۰٪ به ۱٪، بازده استخراج سلولز باگاس افزایش پیدا کرده است. این اتفاق می تواند ناشی از باقی ماندن ناخالصی ها (لیگنین) در نمونه به دلیل کاهش غلظت سود باشد. با افزایش غلظت سود و نسبت حلال به ماده جامد، میزان لیگنین باقی مانده کاهش یافت. بیشترین بازده سلولز (۷۲/۰۱٪) مربوط به کاغذ باطله (که تنها تیمار رنگبری روی آن انجام شده بود) بود اما بلورینگی آن به شدت کاهش یافت. بعد از آن، بیشترین بازده مربوط به خاک اره، کاغذ باطله (که تحت تاثیر هر سه تیمار قلیایی، اسیدی و رنگبری قرار گرفته بود) و باگاس نیشکر به ترتیب با بازده های ۳۵/۳۱، ۳۴/۶۱ و ۱۸/۴۱ درصد بود. بیشترین بلورینگی نیز مربوط به سلولز حاصل از کاغذ باطله (که تحت تاثیر هر سه تیمار قرار گرفته بود)، برگ توت و باگاس نیشکر با شاخص بلورینگی به ترتیب ۷۷/۲۲، ۶۴/۱۶ و ۶۱/۱۸ بود. بیشترین شاخص روشنایی و کمترین میزان تغییر رنگ نیز مربوط به سلولز استخراجی از کاغذ باطله و باگاس نیشکر بود.

تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۲/۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۴/۶

کلمات کلیدی:

استخراج سلولز،

باگاس نیشکر،

ضایعات کشاورزی،

FTIR

XRD

DOI: 10.22034/FSCT.22.166.290.

* مسئول مکاتبات:

Saberian@acecr.ac.ir

۱-مقدمه

در ایران، هرساله حجم زیادی از پسماندهای کشاورزی و صنعتی تولید می‌شود که شامل باگاس نیشکر، کاه گندم و برنج، برگ درختان و خاک اره می‌باشد. این مواد به طور عمده یا به عنوان خوراک دام مصرف می‌شوند یا به دلیل عدم استفاده مناسب، سوزانده می‌شوند. اما این ضایعات حاوی ترکیبات ارزشمندی مانند سلولز، همی سلولز و لیگنین هستند که می‌توانند به عنوان منابع اولیه در تولید کاغذ و محصولات مشابه مورد استفاده قرار گیرند. بهره برداری از این مواد نه تنها به کاهش پسماند کمک می‌کند، بلکه می‌تواند به توسعه پایدار و کاهش وابستگی به منابع طبیعی نیز منجر شود [۱].

سلولز در سال ۱۸۳۸ توسط شیمیدان فرانسوی به نام آنسلم پاین کشف شد که آن را از مواد گیاهی جدا کرد و سپس فرمول شیمیایی آن را تعیین کرد، همچنین هرمان استائودینگر ساختار پلیمری سلولز را در سال ۱۹۲۰ تعیین کرد [۲]. سلولز یک پلیمر ساخته شده از زنجیره‌های بلند با زیرواحدهای بتا گلوکز بوده و به عنوان یکی از پرمصرف ترین مواد طبیعی در زندگی روزمره بشر به شمار می‌رود. این ترکیب عمدتاً در دیواره سلولی گیاهان وجود دارد و نقش اساسی در ساختار و استحکام آنها ایفا می‌کند [۳]. سلولز به عنوان یکی از مهمترین و پرکاربردترین مواد طبیعی، کاربردهای متنوعی مانند افزودنی‌های غذایی، تولید کاغذ، داروسازی یا کاربرد در مهندسی شیمی مانند کروماتوگرافی و استفاده در رنگ ها دارد [۲]. این ماده به خاطر ویژگی‌های منحصر به فرد خود مانند استحکام بالا، ایمنی برای انسان و محیط زیست، قابلیت تجزیه پذیری زیستی و پایداری در برابر حرارت و تنش‌های مکانیکی توجه بسیاری را به خود جلب کرده است [۴]. با توجه به آمار ارائه شده از سوی مرکز تجارت جهانی در سال ۲۰۰۹، میزان واردات مواد سلولزی به کشور حدود ۲/۲ میلیون دلار بوده است [۵].

میکروفیبریل‌های سلولزی خوشه‌هایی از ۵۰۰-۱۴۰۰ واحد D-گلوکز با زنجیره‌های سلولزی بلند هستند [۶]. نحوه

چیدمان زنجیره‌های گلوکز، ساختار کریستالی سلولز را تعیین می‌کند. زنجیره‌ها در جهت موازی قرار گرفته‌اند و زنجیره‌های جانبی توسط پیوندهای هیدروژنی بین مولکولی به هم متصل می‌شوند. این آرایش منجر به تشکیل میکروفیبریل‌ها می‌شود که واحدهای اساسی سلولز هستند. میکروفیبریل‌ها بلند، نازک و دارای قطر تقریباً ۳-۴ نانومتر هستند. ساختار کریستالی سلولز نقش مهمی در تعیین خواص فیزیکی مواد مبتنی بر سلولز دارد. سلولز کریستالی با ساختار و خواص متمایز خود یک نوع بسیار خالص و سازمان یافته سلولز است که برای کاربردهای مختلف مانند پلاستیک‌های زیست تخریب پذیر، سوخت‌های زیستی و مواد دیگر مناسب است [۷]. در حالت جامد، نواحی کریستالی بسیار منظم بین مناطق آمورف نامرتب پراکنده می‌شوند. این مناطق آمورف، مناطقی هستند که در آنها گروه‌های هیدروکسیل برای واکنش، آسان‌تر از مناطق کریستالی بسیار مرتب، که واکنش‌پذیری کمتری دارند، در دسترس هستند. بنابراین واکنش سلولز به منبع سلولز و شرایط جداسازی و خالص سازی بستگی دارد [۸].

اگرچه سلولز عمدتاً از درختان سوزنی برگ و پهن برگ و همچنین پنبه تولید می‌شود (Virtanen et al., 2012) اما در سال‌های اخیر تحقیقات گوناگونی پیرامون تولید سلولز از گیاهان غیر چوبی یک و دوساله، ضایعات لیگنوسلولزی صنعتی و ضایعات درختان میوه (که دارای سلولز کریستالی هستند) صورت پذیرفته است. تولید یک ماده با ارزش از ضایعات کم ارزش (ارزان قیمت) با دسترسی فراوان بر اهمیت مساله می‌افزاید (Samiee et al., 2019; Hussin et al., 2019; Tarchoun et al., 2019). بنابراین، گرایش به استفاده از منابع غیر چوبی جهت تولید سلولز در حال فزونی است. منابع مختلفی که برای تولید سلولز استفاده شده‌اند شامل باگاس نیشکر [۹]، باقیمانده زیست توده نخل [۱۰]، کاه و ساقه گندم و برنج [۱۱]، خاک اره [۱]، ساقه ذرت [۱۲]، بلال ذرت [۱۳]، تفاله زیتون [۱۴] و ... می‌باشد.

کشاورزی، تلاش شد تا برای اولین بار در ایران، تحقیقی جامع بر روی ضایعات سلولزی گوناگون از جمله باگاس نیشکر، کاه گندم، خاک اره، برگ درختان مختلف از جمله چنار، نارون، توت و برگ درخت نخل و همچنین کاغذهای باطله انجام شود. در این پژوهش در ابتدا بهینه سازی تیمار قلیایی (غلظت سود، زمان و نسبت حلال به ماده جامد) برای استخراج سلولز از باگاس نیشکر انجام شد. در ادامه با بررسی اسیدهای مختلف، اسید مناسب برای تیمار اسیدی انتخاب شد و غلظت آن برای انجام تیمار اسیدی بهینه شد. در نهایت، شرایط بهینه تیمار قلیایی و اسیدی بر روی سایر منابع ذکر شده اعمال شد و سلولزهای استخراج شده از نظر کمی (بازده) و کیفی (میزان لیگنین، آزمون FTIR، بلورینگی و رنگ سنجی) با یکدیگر و با آلفا سلولز تجاری مقایسه شدند.

۲- مواد و روش ها

۲-۱- مواد

ضایعات باگاس نیشکر از شرکت تولیدی بازرگانی یوتابمهر تهیه شد و برای استخراج سلولز مورد استفاده قرار گرفت. خاک اره از چوب بری های سطح شهر اصفهان و کاه گندم از مزارع شهر اصفهان تهیه شد. برگ درختان چنار، نارون و توت از فضای سبز دانشگاه صنعتی اصفهان تهیه شد. برگ درخت نخل هم از باغ های لارستان تهیه شد. هیدروکسید سدیم، اسید سولفوریک، اسید هیدروکلریک، اسید استیک، اسید نیتریک و آب اکسیژنه از شرکت مجلی خریداری شد.

۲-۲- بهینه سازی تیمار قلیایی

در ابتدا برای بهینه سازی تیمار قلیایی، از نمونه باگاس نیشکر استفاده شد تا شرایط بهینه این مرحله تعیین شود. تیمار قلیایی عمدتاً برای حذف محتوای خشبی لیگنین بکار می رود. بهینه سازی روی ۳ متغیر غلظت هیدروکسید سدیم (۱-۱۰ درصد وزنی/حجمی)، زمان واکنش (۱-۳ ساعت) و نسبت حلال به ماده جامد (۲۰ به ۱ تا ۱۰ به ۱ میلی لیتر/گرم) لحاظ شد. شرایط نمونه های مختلف در جدول ۱ ذکر شده است.

علاوه بر این، امروزه چندین میلیون تن کاغذ در سطح جهان تولید و مورد استفاده قرار می گیرد، در نتیجه بدون شک حجم عظیمی از کاغذهای باطله را به وجود می آورد. کاغذهای باطله به دلیل محتوای سلولزی آن، پتانسیل بالایی را به عنوان منبعی برای تولید سلولز دارند [۱۵].

سالاری بردسیری و همکاران (۲۰۲۱) استخراج سلولز را از سه نوع ضایعات درخت خرما شامل پوشال، برگ سبز و خوشه خرما انجام دادند و به این نتیجه رسیدند که بازده استخراج سلولز برای پوشال ۲۵ درصد، برگ سبز ۲۰ درصد و خوشه خرما ۳۳ درصد بود و بلورینگی سلولز خوشه از دو نمونه دیگر بیشتر بود [۱۰]. هان و جنگ (۲۰۲۳)، از تفاله زیتون برای استخراج سلولز استفاده کردند. آنها در نهایت به شرایط بهینه سود ۶٪ برای تیمار قلیایی و پراکسید هیدروژن ۷/۵٪ به همراه سود ۵٪ برای مرحله سفید کردن دست پیدا کردند. بازده استخراج سلولز در مطالعه آنها ۲۰/۳۶٪ بود [۱۴]. زینالی و همکاران (۲۰۲۱) همی سلولز و لیگنین را به وسیله محلول رقیق اسید و سدیم هیدروکسید از باگاس جدا و سلولز را استخراج کردند. نتایج آنها حاکی از آن بود که اسید سولفوریک ۱٪ (حجمی/حجمی) و مدت ۲/۵ ساعت باعث بیشترین حذف همی سلولز و سود ۱٪ (وزنی/حجمی) و مدت ۱/۵ ساعت باعث بیشترین حذف لیگنین شد [۹]. ردی و همکاران (۲۰۱۶) سلولز را از بقایای برگ فیکوس استخراج کردند. آنها به این نتیجه رسیدند که در تیمارهای شیمیایی، لیگنین و همی سلولز به طور گسترده از الیاف برگ فیکوس حذف شدند و همچنین مطالعات پراش اشعه ایکس نشان داد که سلولز استخراج شده، کریستالی تر از الیاف برگ فیکوس بود [۱۶]. روشنده و همکاران (۲۰۰۴) از خاک اره صنوبر برای استخراج آلفا سلولز استفاده کردند. آنها از ۳ روش پیش آبکافت و ۳ نوع مایع پخت برای استخراج سلولز بهره بردند و با آنالیز شیمیایی خاک اره صنوبر به وجود ۵۲ درصد وزنی آلفا سلولز در آن پی بردند [۱۷].

بنابراین در این تحقیق با توجه به اهمیت زیاد سلولز در صنایع گوناگون و همچنین افزایش روزافزون ضایعات

پس از پایان هیدرولیز قلیایی، نمونه‌ها به طور کامل با آب سرد و آب مقطر شسته شدند تا هیدروکسید سدیمی در آنها باقی نمانده باشد. از معرف فنول فتالین برای اطمینان از خروج کامل قلیا از نمونه‌ها استفاده شد. در پایان، نمونه‌های استخراج شده درون آون ۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت خشک شدند. پس از بهینه سازی تیمار قلیایی، تیمارهای اسیدی و رنگبری بر روی نمونه‌ها اعمال شدند.

در مرحله اول، ضایعات باگاس نیشکر شستشو شد و به طور کامل خشک گردید. سپس نمونه باگاس‌های خشک شده به وسیله آسیاب برقی پاناسونیک مدل MX-N800G آسیاب شدند. در ادامه برای توزین نمونه‌ها، باگاس‌های آسیاب شده از الک با اندازه مش ۶۰ عبور داده شدند تا اندازه ذرات یکنواخت شود. سپس ۱۵ نمونه ۱۰ گرمی از آنها تهیه شد. برای انجام تیمار قلیایی طبق شرایط مندرج در جدول ۱ عمل شد. در این مرحله تمام نمونه‌ها در دمای جوش قرار گرفتند.

Table 1. Effect of alkaline, acidic, and bleaching treatments on the yield and residual lignin in cellulose extracted from sugarcane bagasse

Trial	Solvent-to-Sample Ratio (mL/g)	Reaction Time (h)	NaOH Concentration (%)	Yield (%)	Lignin (%)
1	10	1	5.5	26.13	10.31
2	20	1	5.5	11.03	16.03
3	10	3	5.5	24.91	10.01
4	20	3	5.5	20.90	15.33
5	10	2	1	22.72	15.04
6	20	2	1	20.91	24.51
7	10	2	10	15.56	10.91
8	20	2	10	11.42	15.02
9	15	1	1	24.71	12.25
10	15	3	1	24.01	13.41
11	15	1	10	13.12	11.82
12	15	3	10	12.73	8.85
13	15	2	5.5	15.11	15.61
14	15	2	5.5	17.13	13.12
15	15	2	5.5	18.61	14.61

نمونه‌ها (تیرگی و سیاه شدن نمونه‌ها نشان از تخریب سلولز دارد که در نمونه‌های اسید سولفوریک به ویژه در غلظت‌های بالاتر مشهود بود) [۱۸]، اسید هیدروکلریک ۲ مولار به عنوان اسید بهینه انتخاب شد. نکته قابل توجه در مورد ترکیب اسید استیک و اسید نیتریک، تغییر رنگ نمونه به سمت سفید بود که در صورت استفاده از این تیمار اسیدی، می‌توان از مرحله رنگبری صرف نظر کرد.

با انتخاب اسید مورد نظر، تیمار اسیدی بر روی نمونه‌ها اعمال شد. در این مرحله به تمام ۱۵ نمونه خشک شده حاصل از تیمار قلیایی، اسید هیدروکلریک ۲ مولار اضافه شد

برای حذف محتوای همی سلولز از اسید هیدروکلریک استفاده شد. برای انجام تیمار اسیدی، در ابتدا چندین پیش آزمون صورت گرفت و از اسیدهای مختلفی از جمله اسید سولفوریک (با غلظت‌های ۱٪، ۵٪ و ۱۰٪ به مدت ۱/۵ ساعت) [۹]، ترکیب اسید استیک ۸۰٪ و اسید نیتریک ۶۷٪ (با نسبت اسید استیک به اسید نیتریک ۱۰ به ۱، به مدت ۱ ساعت) [۱] و اسید هیدروکلریک ۲ مولار به مدت ۲ ساعت [۱۸] استفاده شد. در تمام شرایط ذکر شده، نمونه‌ها در دمای جوش تیمار شدند و نسبت حلال به ماده جامد ۱/۲۰ لحاظ شد. در پایان واکنش، با توجه به بازده هر نمونه و تغییر رنگ

۲-۴- بازده استخراج سلولز

برای تعیین بازده استخراج سلولز، تمام نمونه‌های حاصل از سه مرحله قبل خشک و توزین شدند و با فرمول زیر بازده هر کدام محاسبه شد [۱۰]

$$100 \times \frac{\text{وزن سلولز خشک شده}}{\text{وزن باگاس اولیه}} = \text{بازده استخراج سلولز}$$

۲-۵- اندازه گیری محتوای لیگنین به صورت کمی

برای اندازه‌گیری محتوای لیگنین باقی مانده در سلولزهای استخراج شده، در ابتدا ۰/۵ گرم از هر نمونه را توزین کرده و سپس به هر کدام ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۷۲٪ اضافه شد. نمونه‌ها در دمای ۴۰ درجه به مدت ۲ ساعت در حمام آب گرم قرار گرفتند و به کمک همزن مغناطیسی به خوبی همزده شدند. پس از پایان ۲ ساعت، نمونه‌ها با ۵۶۵ میلی لیتر آب مقطر رقیق شده تا به حجم نهایی ۵۷۵ میلی لیتر برسند. در ادامه، نمونه‌ها روی همزن مغناطیسی به مدت ۴ ساعت جوشانده شدند تا تمام محتویات به غیر از لیگنین هضم شوند. سپس، به نمونه‌ها فرصت داده تا لیگنین باقی مانده ته نشین شود و محلول اسیدی رویی تخلیه شود. برای خروج کامل اسید، چندین بار شستشو با آب سرد و آب مقطر انجام شد تا pH نمونه‌ها به حدود ۶ برسد. در نهایت، لیگنین‌ها در ظروف پتری دیش جمع‌آوری شدند و به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۵۰ درجه خشک شدند [۱۹، ۲۰].

$$100 \times \frac{\text{وزن لیگنین خشک شده}}{\text{وزن سلولز اولیه}} = \text{محتوای لیگنین نمونه‌ها}$$

۲-۶- پرتوسنجی طیف‌های FT-IR سلولزهای استخراج شده

برای بررسی گروه‌های عاملی موجود در نمونه‌های استخراج شده، از طیف سنج مادون قرمز با تبدیل فوریه (FT-IR مدل Tensor 27 ساخت شرکت Bruker کشور آلمان) استفاده شد. برای این کار، ذرات نمونه‌های آسیاب شده با پتاسیم برمید با نسبت ۱۰۰ به ۱ مخلوط شد. سپس با فشردن سازی،

تا محتوای همی سلولز حذف شود. ضمناً شرایط تیمار اسیدی برای تمام نمونه‌ها ثابت بود و تمام نمونه‌ها در دمای جوش قرار گرفتند. محلول اسیدی با نسبت ۱ به ۲۰ (گرم سلولز خشک شده به میلی لیتر محلول اسیدی) به نمونه‌ها اضافه شد و به مدت ۲ ساعت در دمای جوش قرار گرفت. برای خروج کامل محلول اسیدی از نمونه‌ها، از شستشو به وسیله آب سرد و آب مقطر استفاده شد تا هیچ اسیدی در نمونه‌ها باقی نماند و برای اطمینان از خروج کامل اسید از معرف متیل اورانژ استفاده شد. در نهایت، نمونه‌های سلولزی در آون ۵۰ درجه به مدت ۲۴ ساعت خشک شدند [۱۸].

در آخرین مرحله، تیمار رنگبری بر روی نمونه‌ها اعمال شد. برای انجام تیمار رنگبری از محلول ۵٪ H_2O_2 با نسبت حلال به ماده جامد ۱ به ۴۰ (گرم سلولز خشک شده به میلی لیتر محلول H_2O_2) استفاده شد. در این مرحله نمونه‌ها به مدت ۳ ساعت در دمای جوش قرار گرفتند تا مرحله رنگبری تکمیل شود. در پایان، تمام نمونه‌ها به وسیله آب سرد و آب مقطر شسته شدند تا دیگر بوی H_2O_2 احساس نشود. ضمناً شرایط تیمار رنگبری برای تمام نمونه‌ها ثابت بود [۱۱].

۲-۳- تاثیر شرایط اسیدی بر بازده

از آنجایی که میزان بازده سلولز استخراجی از باگاس کمتر از میزان پیش بینی بود، تاثیر تیمار اسیدی بهینه سازی شد تا از تخریب سلولز جلوگیری شود. برای بررسی شدت تیمار اسیدی بر بازده نمونه‌ها، ۴ غلظت متفاوت (۱، ۱/۵، ۲ و ۵ مولار) از اسید هیدروکلریک تهیه شد. سپس ۴ نمونه ۵ گرمی از سلولز تجاری با خلوص ۹۸٪ توزین شد و به هر کدام، یکی از غلظت‌های ذکر شده با حفظ شرایط گزارش شده در تیمار اسیدی (نسبت حلال به ماده جامد ۲۰ به ۱، زمان واکنش ۲ ساعت و در دمای جوش) اضافه شد. در نهایت پس از شستشو و خشک شدن نمونه‌ها، هر کدام توزین و بازده آنها محاسبه شد. شرایط بهینه برای استخراج سلولز از سایر ضایعات لیگنوسلولزی استفاده شد.

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - L_0^*)^2 + (a^* - a_0^*)^2 + (b^* - b_0^*)^2}$$

۲-۹- آنالیز آماری

در این تحقیق، طرح های آماری مورد استفاده برای بهینه سازی استخراج قلیایی سلولز، طرح سطح پاسخ (RSM) بود. برای انجام آنالیزهای داده های مربوط به تاثیر تیمار اسیدی بر سلولز استخراجی و همچنین استخراج سلولز از منابع مختلف و مقایسه ویژگی محصولات (بلورینگی و ارزیابی رنگ) طرح یک فاکتور در یک زمان (One Factor at a Time) بکار گرفته شد. آزمایش ها حداقل در دو تکرار انجام شد. جهت مطالعه وجود اختلاف آماری معنی دار بین تیمارهای مختلف، از آنالیز واریانس (ANOVA) و آزمون چند دامنه ای دانکن استفاده شد. در تمام مراحل، تجزیه و تحلیل آماری داده ها با استفاده از نرم افزار های SPSS ۱۹ و Design-Expert 8.0 صورت پذیرفت.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بهینه سازی شرایط قلیایی استخراج سلولز

۳-۱-۱- بازده استخراج سلولز

نتایج آنالیز واریانس (ANOVA) بازده استخراج سلولز در جدول ۲ نشان داده شده است. ضرایب تبیین (R^2) بالا، نشان دهنده کیفیت مناسب مدل ها است. آزمون عدم برازش (lack of fit) بیانگر عدم موفقیت مدل جهت نشان دادن داده ها در نقاطی که در دامنه مدل رگرسیونی وجود ندارند، می باشد. مقدار R^2 برای بازده سلولز ۰/۸۵ به دست آمد که نشان می دهد که مدل های رگرسیونی به خوبی داده های واقعی را نمایندگی می کند. همچنین، عدم برازش معنی دار نبود. بنابراین نتایج حاکی از مطلوبیت مدل درجه دوم برای پیش بینی بازده استخراج سلولز تحت شرایط مختلف غلظت سود، نسبت حلال به ماده جامد و زمان استخراج بود. مطابق جدول ۲، تنها عامل موثر بر بازده استخراج، غلظت سود بود.

قرص های مخصوص دستگاه آماده شد. سنجش در محدوده طول موج $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ با وضوح 4 cm^{-1} انجام شد. در این بخش با استفاده از مقایسه طیف های FT-IR تمام نمونه ها و مساحت سطح زیر پیک های خاص، میزان ناخالصی نمونه ها با هم مقایسه شد و شرایط بهینه تیمار قلیایی تعیین شد [۱۰].

۲-۷- آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)

بررسی ساختار بلورینگی و نیز درجه بلورینگی سلولز با دستگاه پراش سنج اشعه ایکس Rigaku مدل Ultima I انجام شد. اسکن حاصله از دستگاه در محدوده 2θ از ۱۰ تا ۶۰ درجه ثبت شده با اندازه گام 0.02° درجه و شرایط عملیاتی ۴۰ کیلووات و ۴۰ میلی آمپر برای تعیین درصد بلورینگی سلولز از رابطه زیر استفاده شد [۲۱].

$$\text{CrI} = [(I_{200} - I_{\text{am}}) / I_{200}] * 100$$

I_{200} شدت بیشینه پراش در 2θ در محدوده حدود $22/2^\circ$ درجه است اگرچه I_{am} شدت پراش در 2θ در محدوده حدود 18° درجه است.

۲-۸- رنگ سنجی سلولزهای استخراج شده از نمونه های مختلف و مقایسه آنها با نمونه تجاری

رنگ نمونه ها با استفاده از روش پردازش تصویر با کمک نرم افزار فتوشاپ (ورژن Cs5) مورد بررسی قرار گرفت. برای این کار، با استفاده از دوربین ۶۴ مگاپیکسلی سامسونگ از سطح نمونه ها در شرایط نوری یکسان تصویربرداری صورت گرفت. برای هر نمونه، تعدادی نقاط به صورت تصادفی انتخاب گردید و شاخص های رنگی شامل L^* (روشنایی نمونه) و a^* (تفاوت قرمز بودن و سبز بودن) و b^* (تفاوت زرد بودن و آبی بودن) محاسبه شد. در پایان با استفاده از کارت های رنگی استاندارد (شرکت رال) نمودار کالیبره محاسبه شد و در نهایت اعداد واقعی شاخص های رنگی محاسبه گردید [۲۲]. برای بررسی تغییرات رنگ از فرمول زیر استفاده گردید:

از علل کاهش بازده استخراج با افزایش غلظت سود می‌تواند به تخریب سلولز در شرایط استخراج سخت مربوط باشد که در این صورت، سلولز تخریب شده دیگر قابل بازیابی نخواهد بود. لی و همکاران (۲۰۱۷) نیز به همین نکته اشاره کردند و نشان دادند که در فرآیند استخراج سلولز، یک غلظت بهینه برای سود وجود دارد و افزایش بیشتر آن منجر به تخریب بیشتر سلولز نسبت به لیگنین خواهد شد [۲۳].

مطابق شکل ۱، با کاهش غلظت سود از ۱۰٪ به ۱٪، بازده استخراج سلولز افزایش پیدا کرده است این اتفاق می‌تواند ناشی از باقی ماندن ناخالصی‌ها (لیگنین) در نمونه به دلیل کاهش غلظت سود باشد. بنابراین، بازده استخراج در این تیمار، نشان دهنده بازده سلولز نیست. بابائی و همکاران (۲۰۱۲) در تحقیق خود به این نتیجه دست یافتند که افزایش غلظت سود از ۲/۵ به ۵ درصد تاثیر قابل توجهی بر افزایش خلوص نسبی دارد [۵]. علاوه بر این، یکی دیگر

Table 2. Analysis of variance and significance of regression coefficient for yield

Source	Squares	df	Square	Value	Prob > F	
Model	4.01E+02	6	6.69E+01	7.11	0.0071	significant
A –liquid- solid	4.08E+01	1	4.08E+01	4.34	0.0709	
B-time	7.13E+00	1	7.13E+00	0.76	0.4094	
C-NaOH	2.71E+02	1	2.71E+02	28.8	0.0007	
AB	3.08E+01	1	3.08E+01	3.28	0.1079	
B^2	3.88E+01	1	3.88E+01	4.12	0.0768	
C^2	9.74E+00	1	9.74E+00	1.04	0.3387	
Residual	7.52E+01	8	9.40E+00			
Lack of Fit	6.91E+01	6	1.15E+01	3.73	0.2263	not significant
Pure Error	6.17E+00	2	3.08E+00			
Cor Total	4.76E+02	14				

Design-Expert® Software

yeild

 26.13
 8.56

X1 = C: NaOH
 X2 = A: liquid-solid

Actual Factor
 B: time = 2.00

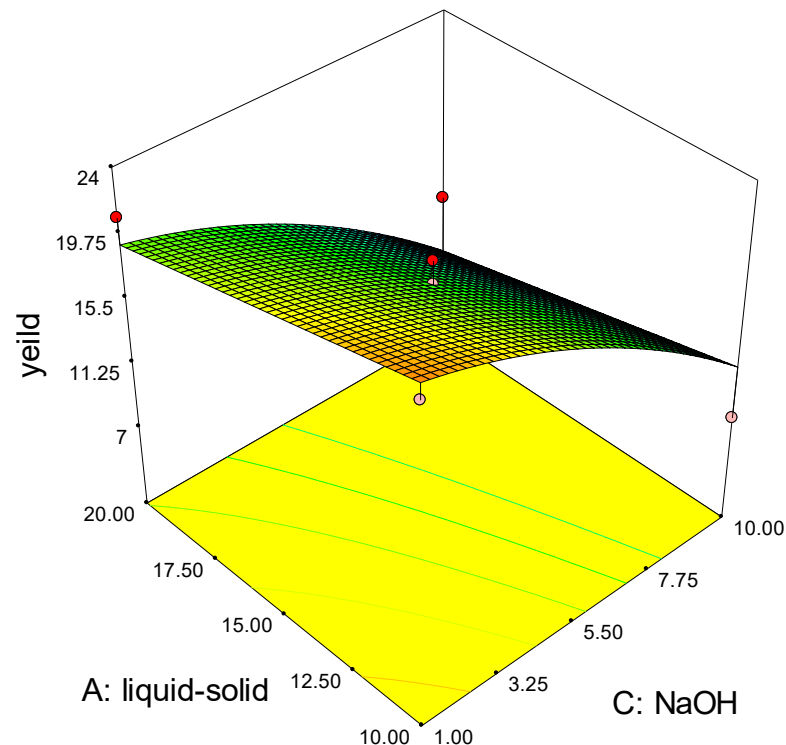


Figure 1. Interaction effect of solvent concentration and solvent-to-solid ratio on yield

کمتری داشتند. ساختار پیچیده لیگنین که با واحدهای فنولی و پیوندهای مختلف مشخص می‌شود، آن را در برابر تخریب مقاوم می‌کند. با این حال، در شرایط قلیایی، لیگنین تحت پلیمریزاسیون و انحلال قرار می‌گیرد و غلظت بالاتر سود این فرآیند را تسریع می‌کند. رزند و همکاران (۲۰۱۱) میزان لیگنین موجود در باگاس را ۲۲٪ عنوان کردند و بیان کردند که با افزایش غلظت سود، میزان بیشتری از لیگنین حذف می‌شود. به طور کلی آنها به این نتیجه رسیدند که تیمار اسیدی می‌تواند منجر به حذف اندکی از لیگنین شود ولی تیمار قلیایی با هیدروکسید سدیم منجر به حذف موثرتر لیگنین از باگاس می‌شود [۲۴]. زینالی و همکاران (۲۰۲۱) در پژوهش خود به این نتیجه دست یافتند که باگاس خالص حاوی ۲۹٪ لیگنین بود و با افزایش غلظت هیدروکسید سدیم از ۰/۲۵٪ به ۱٪ می‌توان به حذف بیشتری از لیگنین دست پیدا کرد [۹].

معادله (۱) بازده استخراج را توصیف می‌کند که در آن A نمایانگر نسبت حلال/جامد، B نمایانگر زمان و C نشان‌دهنده غلظت سود می‌باشد. براساس این معادله، عامل غلظت سود، بیشترین تاثیر را بر بازده استخراج داشته است.

$$\text{Yield} = 56/41 - 1.56A - 20.3B - 41C + 0.55AB + 3.23B^2 - 0.08C^2 \quad (1)$$

۳-۱-۲- لیگنین باقی مانده در سلولزهای استخراجی

میزان اولیه لیگنین باگاس ۲۶ درصد بود. نتایج حاکی از آن بود که با استخراج سلولز (اعمال تیمارهای قلیایی، اسیدی و رنگبری)، کاهش چشمگیری در میزان لیگنین نمونه‌ها قابل مشاهده است. مطابق جدول ۳، دو متغیر غلظت هیدروکسید سدیم و نسبت حلال به جامد تاثیر معنی داری بر میزان لیگنین باقی مانده داشتند و زمان تاثیر معنی‌داری بر لیگنین باقی‌مانده نداشت. نمونه‌هایی که طی تیمار قلیایی در معرض غلظت‌های بالاتر هیدروکسید سدیم و نسبت‌های بالاتر حلال به ماده جامد قرار گرفتند، میزان لیگنین باقی‌مانده

Table 3. Results of variance analysis based on lignin index

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-Value	p-value	
Model	181.37	8	22.67	10.01	0.0058	significant
A –liquid- solid	75.64	1	75.64	33.41	0.0012	
B-time	0.98	1	0.98	0.43	0.535	
C-NaOH	43.24	1	43.24	19.1	0.0047	
AB	0.04	1	0.04	0.018	0.8986	
AC	7.29	1	7.29	3.22	0.1229	
BC	4.2	1	4.2	1.86	0.222	
A ²	9.44	1	9.44	4.17	0.0872	
B ²	37.58	1	37.58	16.6	0.0065	
Residual	13.58	6	2.26			
Lack of Fit	10.48	4	2.62	1.69	0.4044	not significant
Pure Error	3.1	2	1.55			
Cor Total	194.95	14				

تحلیل FTIR روشی ارزشمند برای مطالعه ویژگی‌های ساختاری پلی‌ساکاریدها می‌باشد. شکل ۲ طیف‌های FT-IR نمونه‌های سلولز استخراج شده از باگاس را نشان می‌دهد. مطابق شکل ۲، یک باند غالب در محدوده ۲۹۰۰-۳۴۰۰ بر سانتی‌متر در همه مواد خام، سلولز استخراج شده و سلولز تجاری مشاهده شد. این باند مشاهده شده به ارتعاش کششی گروه‌های OH آزاد در مولکول‌های سلولز اشاره دارد [۱۰]. ارتعاش کششی C-H در محدوده ۲۹۲۰ بر سانتی‌متر در نمونه سلولز نمایش داده شده است. این پیک در نمونه‌های استخراج شده نیز مشاهده می‌شود. ارتفاع این پیک در همه نمونه‌های سلولز استخراج شده، از نمونه اولیه بیشتر می‌باشد که نشان دهنده تاثیر روش استخراج بر خلوص نهایی سلولز می‌باشد. در محدوده طول‌موج بین ۱۶۱۸-۱۶۱۶ بر سانتی‌متر پیک مشاهده شده مربوط به ارتعاش کششی C=O است که به حلقه آروماتیک و گروه‌های کربوکسیلیک در لیگنین، اسیدهای کربوکسیلیک و ترکیبات استری مرتبط می‌باشد [۲۶]. مشخص است که در این محدوده تیمارهای استخراج توانسته است میزان لیگنین را کاهش دهد.

با بررسی تاثیر عوامل استخراج بر ارتفاع پیک متناسب با این محدوده مشخص شد که عامل نسبت حلال به ماده جامد تاثیر معنی داری بر این شاخص دارد. با افزایش نسبت حلال

اگرچه در این تحقیق، زمان تاثیر معنی‌داری بر کاهش لیگنین نداشت اما برخی محققان به تاثیر مثبت زمان بر خلوص سلولز اشاره کردند. تحقیقات ماگال‌هاس و همکاران (۲۰۲۱) حاکی از آن بود که زمان‌های طولانی‌تر استخراج به طور قابل توجهی میزان و خلوص سلولز را بهبود می‌بخشد [۲۵]. زمان استخراج طولانی می‌تواند منجر به تخریب سلولز شده و از این جهت تاثیری منفی بر کیفیت محصول نهایی داشته باشد، زیرا قرار گرفتن طولانی‌مدت در معرض NaOH می‌تواند منجر به هیدرولیز زنجیره‌های سلولزی شود که در نهایت بر کیفیت ماده استخراج شده تاثیر می‌گذارد.

معادله (۲) میزان لیگنین موجود در نمونه‌ها را بیان می‌کند که در آن A نمایانگر نسبت حلال/جامد، B نشانگر زمان و C بیانگر غلظت سود می‌باشد. این معادله نیز بیانگر اثر قابل توجه و مثبت غلظت سود و نسبت حلال به ماده جامد بر میزان لیگنین باقی مانده می‌باشد.

$$\text{Lignin} = 14.62 + 3.07 A - 0.35 B - 2.33 C - 0.1 AB - 1.35 AC - 1.03 BC + 1.59 A^2 - 3.18 B^2 \quad (2)$$

۳-۱-۳ بررسی طیف‌های FT-IR سلولزهای استخراج شده

این امر مطابق نظر برخی از محققان به دلیل تشکیل کمپلکس‌های متعدد از جمله تشکیل کمپلکس بین لیگنین و سایر اجزا همچون کربوهیدرات‌ها می‌تواند از حذف کامل لیگنین جلوگیری کرده و میزان باقی مانده آن را افزایش دهد [۲۷، ۲۸].

پیک‌های جذبی در محدوده طول‌موج ۱۰۳۰ تا ۱۰۴۰ بر سانتی متر به کشش‌های C-O و C-O-C در اتصالات β -گلیکوزیدی مرتبط هستند. این پیک نشان دهنده وجود گروه‌های قند ناشی از سلولز می باشد که مشخص گردید تیمارهای استخراج توانسته است شدت پیک در این ناحیه را افزایش دهد. این مشاهده نشان می دهد که تیمار استخراج توانسته است با حذف ناخالصی‌ها، سلولز خالص‌تری را ایجاد کند.

به ماده جامد نیز این ارتفاع و شدت پیک مربوط به لیگنین کاهش می‌یابد. این امر نشان دهنده تاثیر این دو شاخص بر خروج ناخالصی‌ها از نمونه می باشد. نسبت حلال به ماده جامد نقش مهمی در کارایی استخراج دارد. نسبت کم حلال به ماده جامد ممکن است منجر به لیگنین زدایی ناکافی و افزایش محتوای لیگنین باقی‌مانده شود، زیرا NaOH ممکن است نتواند به‌طور کافی به زیست‌توده نفوذ کند. با افزایش نسبت حلال به ماده جامد، نفوذ حلال به درون محتوای زیست‌توده بهتر شده و منجر به لیگنین زدایی بهتری می‌شود. این متغیر باعث می‌شود تعامل لیگنین و سلولز با سود بهتر شده و با افزایش حجم حلال به ماده جامد، لیگنین بیشتری را از زیست‌توده حذف کند.

بهینه‌سازی روش‌های استخراج، کارایی روش‌های مرسوم را افزایش می‌دهد، با این حال در روش‌های تجاری نیز ناخالصی‌هایی همانند لیگنین به طور کامل حذف نمی‌شود.

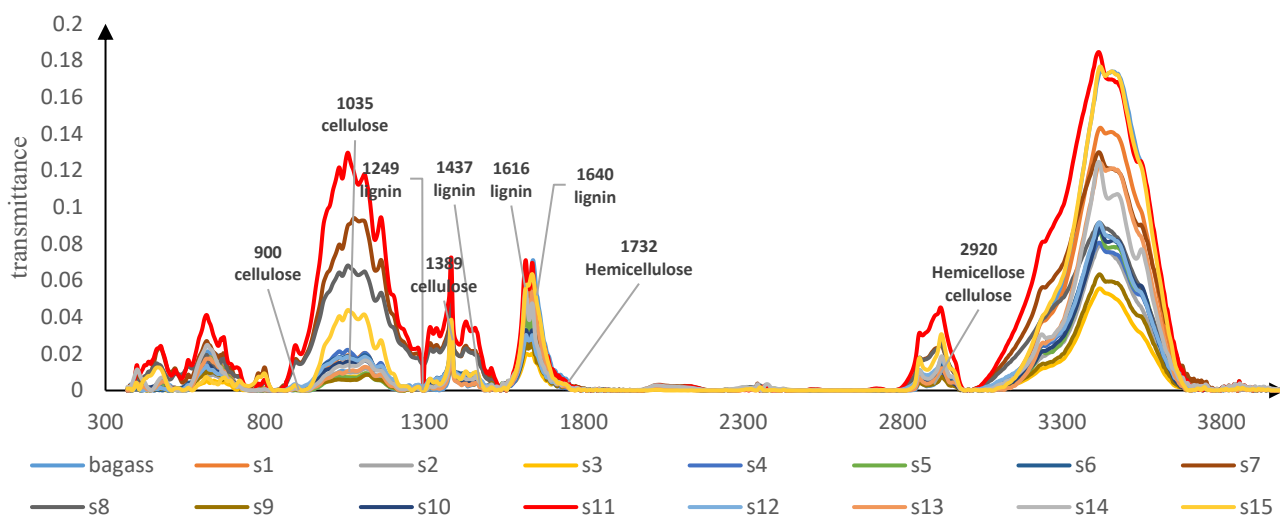


Figure 2. FTIR spectra of celluloses extracted from sugarcane bagasse

منابع استفاده شد. در نهایت ویژگی‌های کمی و کیفی هر نمونه بررسی شد.

۳-۳- تاثیر شرایط اسیدی بر بازده استخراج سلولز

از آنجایی که میزان بازده سلولز استخراجی از باگاس کمتر از میزان پیش بینی بود، تاثیر تیمار اسیدی بهینه سازی شد تا از تخریب سلولز جلوگیری شود. نتایج حاکی از آن بود که

۳-۲- انتخاب نمونه بهینه و ارزیابی آن

با توجه به بازده استخراج نمونه‌ها، میزان لیگنین و پیک‌های FTIR، تیمار شماره ۷ به عنوان تیمار بهینه انتخاب شد. شرایط تیمار قلبایی سلولز بهینه شامل غلظت سود ۱۰٪، زمان تیمار به مدت ۲ ساعت و نسبت ماده جامد به حلال ۱/۱۰ بود. این شرایط بهینه برای استخراج سلولز از سایر

و همکاران (۲۰۱۴) عنوان کردند که شکستن پیوندهای β ۱ و ۴ گلیکوزیدی توسط اسیدها منجر به هیدرولیز پلیمرهای سلولز و در نتیجه ایجاد مولکول قند گلوکز یا الیگوساکاریدها می‌شود. در استفاده از اسیدهای معدنی مانند HCl و H_2SO_4 برای هیدرولیز سلولز، هیدرولیز اسیدی رقیق بیشترین کاربرد را دارد، زیرا به دستیابی به بازده بالا در فرآیند جداسازی اجزای دیواره سلولی که منجر به هیدرولیز همی سلولز و لیگنین می‌شود، کمک می‌کند [۲۹].

غلظت ۰/۵ مولار هیدروکلریک اسید موجب ایجاد بازده بیشینه سلولز (از سلولز خالص) گردید و کمترین تخریب سلولز را به همراه داشت. بنابراین، غلظت ۰/۵ مولار هیدروکلریک اسید به عنوان غلظت مناسب برگزیده شد و برای استخراج سلولز از سایر منابع از این غلظت اسید استفاده شد (شکل ۳). غلظت کمتر اسید ممکن است دفعات حملات هیدرولیتیک به پیوندهای گلیکوزیدی سلولز را کاهش دهد و در نتیجه تخریب را به حداقل برساند. دوسان

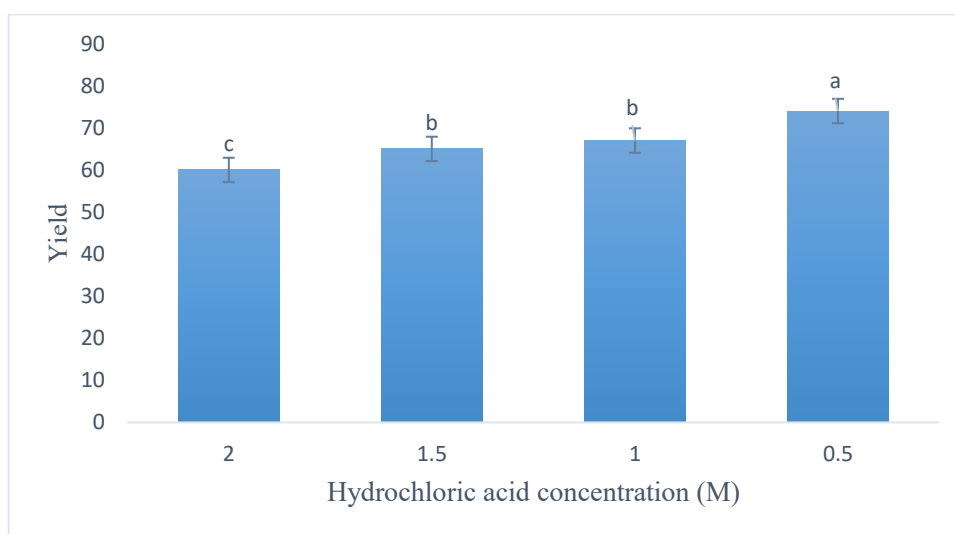


Figure 3. Effect of acidic conditions on the yield of pure cellulose

تخریب قابل توجه سلولز کاغذ می‌شود و تنها با انجام تیمار سفید کردن، می‌توان به سلولزی با بازده بیشینه ۷۲/۰۱٪ دست پیدا کرد. در تحقیقات پیشین اغلب از تیمارهای قلیایی و اسیدی برای حذف لیگنین و همی سلولز استفاده می‌شد. با این حال، مطالعات کنونی نشان می‌دهد که این تیمارها می‌توانند منجر به تخریب قابل توجه سلولز نیز شوند، به ویژه زمانی که با کاغذهای باطله با خلوص سلولز بالا تحت تیمار قرار می‌گیرند [۳۰]. کاغذهای باطله با کیفیت بالا، مانند کاغذهای اداری، ممکن است نیاز به پیش تیمار کمتری نسبت به کاغذهای با کیفیت پایین، مانند روزنامه یا مقوا داشته باشند [۳۱].

۳-۴- استخراج سلولز از سایر منابع

با شرایط بهینه مشخص شده (تیمار قلیایی با سود ۱۰٪ به مدت ۲ ساعت با نسبت ماده جامد به حلال برابر با ۱۰:۱ در دمای جوش و تیمار اسیدی با هیدروکلریک اسید ۰/۵ مولار به مدت ۲ ساعت در دمای جوش و تیمار سفید کردن با هیدروژن پراکسید ۵٪ به مدت ۳ ساعت در دمای جوش) استخراج سلولز از سایر منابع ضایعاتی سلولزی انجام شد و ویژگی‌های کمی و کیفی آنها بررسی شد.

بازده استخراج سلولز از منابع مختلف در شکل ۴ ذکر شده است. نکته قابل تامل در مورد کاغذهای باطله این است که چون از خلوص بالایی از سلولز برخوردار هستند می‌توان از تیمارهای قلیایی و اسیدی صرف نظر کرد؛ زیرا بر اساس پیش آزمون‌های انجام شده، تیمارهای قلیایی و اسیدی باعث

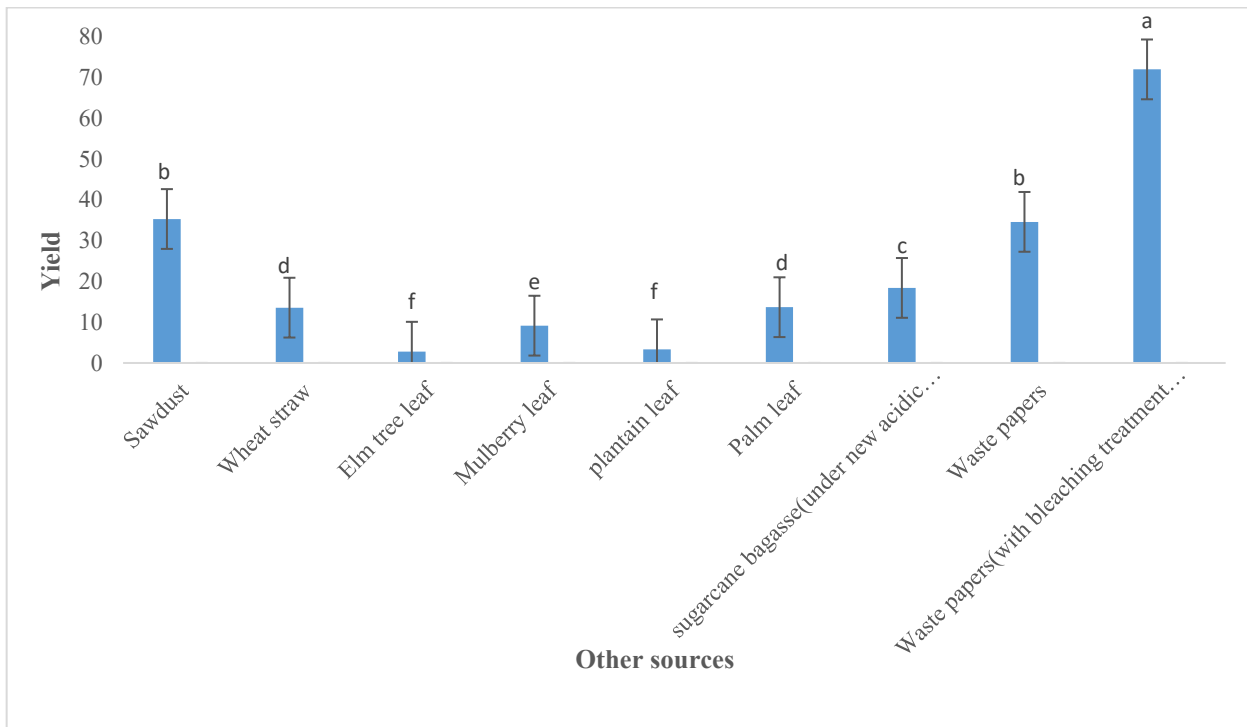


Figure 4. Cellulose extraction yield from other waste sources

۳-۵- بررسی طیف XRD و FTIR در سلولزهای استخراج شده از منابع ضایعاتی مختلف

در بین سلولزهای استخراج شده، سلولز حاصل از کاغذی که هر ۳ تیمار قلیایی، اسیدی و سفید کردن روی آن انجام شده دارای شاخص بلورینگی بیشتری (۷۷/۲۲٪) نسبت به سایرین بود. بعد از آن سلولز حاصل از برگ توت بلورینگی بیشتری (۶۴/۱۶٪) داشت. بالا بودن درصد بلورینگی می‌تواند شاخصی برای نشان دادن خلوص بیشتر آن نمونه باشد. نواحی آمورف در ساختار سلولز مربوط به بخش‌هایی هستند که فاقد نظم بلوری بوده و شامل ترکیباتی مانند لیگنین، همی سلولز و سایر ناخالصی‌ها می‌شوند. این نواحی به دلیل ساختار نامرتب، انعطاف‌پذیری بیشتری دارند و در فرآیند استخراج با حذف این بخش‌ها، ساختار سلولز به سمت بلورینگی بالاتر حرکت می‌کند [۳۴]. کومار و همکاران در سال ۲۰۱۰ میزان بلورینگی سلولز ذرت تولید شده با روش شیمیایی را ۳۷٪ گزارش کردند [۳۵]. رحیمی و همکاران (۲۰۱۱) بلورینگی سلولز حاصل از کاه گندم که به ۲ روش استخراج شده بود را ۴۹ و ۵۹ درصد گزارش کردند [۳۶]. تفاوت در درجه بلورینگی سلولز در نمونه‌های

طیف‌های XRD سلولز خالص و نمونه‌های سلولز استخراج شده از ضایعات مختلف در شکل ۵ ارائه شده است و شاخص بلورینگی (CI) محاسبه شده در جدول ۴ نشان داده شده است. قله‌های پراش اصلی در $2\theta = 18^\circ$ درجه و 22.7° درجه برای تمام نمونه‌های سلولز استخراج شده مشاهده شدند که مربوط به صفحات بلورشناسی (۱۱۰)، (۲۰۰) است و نشان‌دهنده ساختار سلولز I می‌باشد [۳۲]. پیک مشاهده شده در 22.8° که به صفحه (۲۰۰) مربوط است، برجسته‌ترین بازتاب بلوری را نشان می‌دهد، درحالی‌که پیک در 18° که با صفحه (۱۱۰) مرتبط است، نشان‌دهنده حضور نواحی آمورف در میان ماتریس بلوری است. عدم مشاهده پیک‌های پراش با مرتبه بالاتر، مانند پیک در 34.5° (صفحه ۰۴۰)، نشان‌دهنده آن است که بلورینگی سلولز استخراج شده متوسط بوده و عمدتاً تحت تأثیر فرآیند استخراج قرار گرفته است [۳۳، ۳۴].

جذبی نمونه‌های استخراج شده با نمونه سلولز خالص مشاهده می‌شود که نشان دهنده ساختار یکسان و تاییدی بر کیفیت استخراج می باشد.

مختلف گیاهی ناشی از درصد متفاوت سلولز استخراج شده و حذف نواحی آمورف در این نمونه‌ها است [۳۷].

همچنین شکل ۶، طیف‌های FT-IR نمونه‌های سلولز استخراج شده از ضایعات سلولزی مختلف را نشان می‌دهد. با بررسی سلولزهای استخراج شده، مشابهت زیادی در طیف

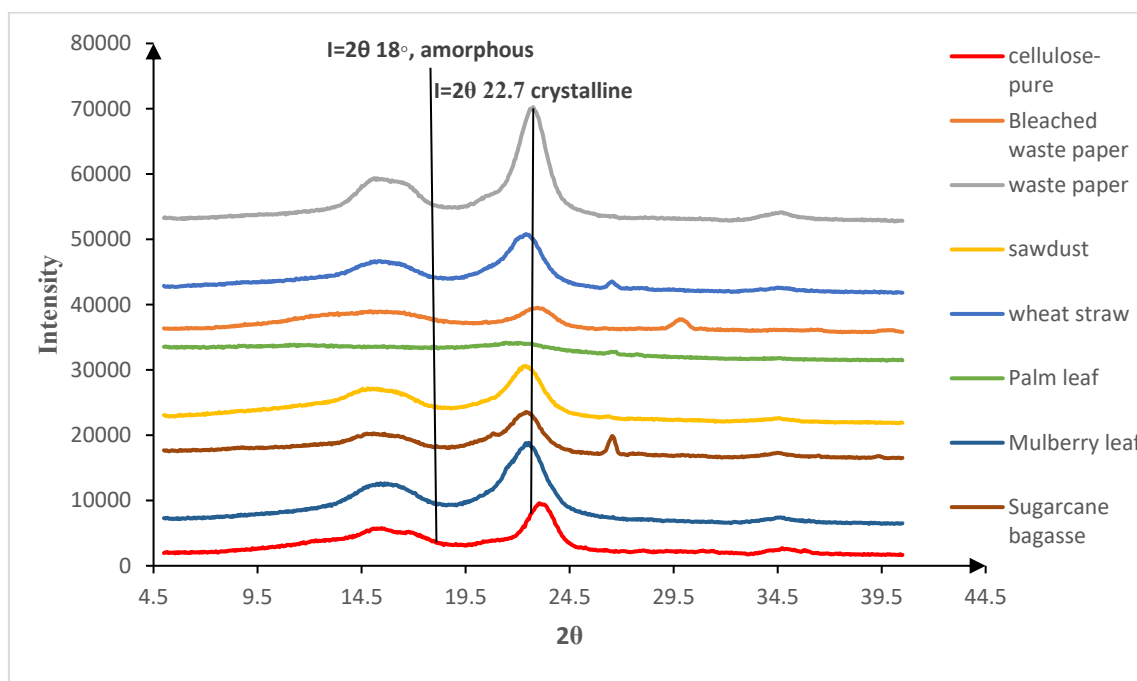


Figure 5. XRD spectra of pure cellulose and cellulose samples extracted from other sources

Table 4. Crystallinity Index of Cellulose from Various Sources

crystallinity index							
cellulose-pure	Bleached waste paper	Waste papers	sawdust	Wheat straw	Palm leaf	Mulberry leaf	Sugarcane bagasse
56.91±0.56 ^d	39.23±0.42 ^e	79.24±0.04 ^a	60.81±0.10 ^c	63.58±0.06 ^c	15.87±1.74 ^f	66.65±0.09 ^b	63.67±0.50 ^c

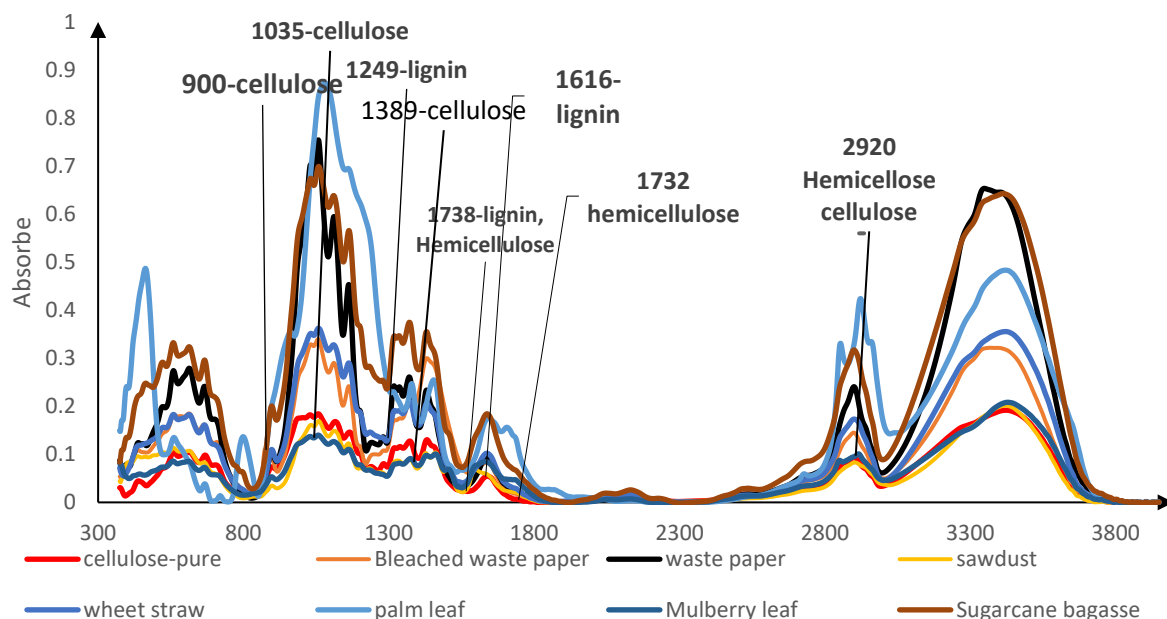


Figure 6. FTIR spectra of celluloses obtained from other samples

نسبت به بقیه سلولزها دارد. مقادیر ΔE و L^* تمام نمونه‌ها در جدول ۵ آمده است.

علاوه بر نوع ماده اولیه، عواملی مثل سن گیاه، نوع حلال و روش‌های استخراج می‌توانند بر مقدار ΔE تاثیر بگذارند. ΔE یک ابزار مفید برای ارزیابی خلوص سلولز و مقایسه نمونه‌های مختلف است. با استفاده از این شاخص می‌توان به اثربخشی فرآیندهای استخراج دست یافت. در حین عملیات حرارتی، رنگ سلولز به رنگ قهوه‌ای یا زرد تغییر می‌کند. با این حال، سازوکار این تغییر هنوز به وضوح مشخص نشده و تنها چند گزارش در مورد آنالیز سینتیکی بر اساس تغییرات رنگ سلولز موجود است [۳۸].

۳-۶- بررسی نتایج رنگ سنجی سلولزهای استخراجی از منابع ضایعاتی مختلف

با محاسبه مقادیر ΔE برای نمونه‌های سلولز استحصالی و مقایسه آن با سلولز تجاری می‌توان به میزان سفیدی هر نمونه پی برد. هرچه مقادیر ΔE به مقدار ΔE شاهد که برابر صفر است نزدیک تر باشد، رنگ آن نمونه مطلوب تر بوده است. بر این اساس، رنگ سلولز استخراج شده از کاغذ از تمام سلولزها به شاهد نزدیک تر می‌باشد. مقادیر L^* نیز نشان دهنده درجه روشنی نمونه‌ها است که هرچه به ۱۰۰ نزدیک تر باشد نشان دهنده روشنی است و نزدیکی به صفر نشان دهنده سیاهی است. در بین نمونه‌ها، مقدار L^* سلولز حاصل از کاغذ کاملاً با شاهد مطابقت دارد و درجه روشنی بالاتری

Table 5. Colorimetric results of celluloses extracted from various waste sources

Celluloses extracted from each source	ΔE values for each of the extracted celluloses	L^*
Blank (Pure Cellulose)	0	90.67±0.71 ^a
bagasse	16.43±0.93 ^b	87.29±1.40 ^b
Mulberry leaf	30.44±0.7 ^d	87.26±0.70 ^b
Sycamore Leaf	25.21±0.94 ^c	76.46±1/41 ^c
Sawdust	27.43±0.71 ^c	74/43±0.71 ^c
Waste paper	9.31±0.71 ^a	90.68±0.71 ^a
Wheat straw	16.30±0.71 ^b	87.97±0.71 ^b
Elm leaf	18.42±0.71 ^b	89.31±0.71 ^a
Palm leaf	35.63±1.18 ^d	87.29±1.41 ^b

۴- نتیجه گیری کلی

غلظت های بالاتر سود و نسبت بالاتر حلال به ماده جامد می تواند تخریب لیگنین را افزایش دهد. با این وجود، احتمال تخریب سلولز را نیز افزایش می دهد. غلظت کمتر اسید می تواند تخریب پیوندهای گلیکوزیدی سلولز را کاهش دهد و در نتیجه تخریب سلولز را به حداقل برساند. نتایج این پژوهش حاکی از آن بود که بیشترین بازده سلولز طی تیمار بهینه به ترتیب مربوط به کاغذ باطله، خاک اره و باگاس نیشکر بود. همچنین، سلولزهای حاصل از منابع مختلف، دارای بلورینگی مطلوبی بودند که بهترین بلورینگی مربوط به سلولز حاصل از کاغذهای باطله بود. از نظر شاخص رنگ نیز مقادیر ΔE و L^* نشان از رنگ بهتر سلولز حاصل از کاغذهای باطله داشت. بنابراین، براساس خلوص و بازده،

۶- منابع

شاخص های بلورینگی و رنگ، سلولز حاصل از کاغذ باطله که در معرض هر سه تیمار قلیایی، اسیدی و رنگبری قرار گرفته باشد، پیشنهاد می گردد.

۵- سپاسگزاری

این مقاله با حمایت مالی جهاد دانشگاهی و در قالب طرح پژوهشی « بهینه سازی تولید میکروکریستال سلولز از ضایعات کشاورزی جهت کاربرد در صنایع غذایی » با کد ۶۰۵۳-۲۰ انجام شده است که از آن واحد تقدیر و تشکر می گردد. همچنین از مدیریت شرکت تولیدی-بازرگانی یوتابمهر، بدلیل حمایت های معنوی و تامین باگاس نیشکر تقدیر و تشکر می گردد.

- [1] Amani, H., H. Amir, and F. Talebnia, *Cellulose Extraction and Investigation of Carboxymethyl Cellulose Production from Some Agricultural Wastes*. Nashrieh Shimi va Mohandesi Shimi Iran, 2016. **35**(2): p. 113-120.
- [2] Sundarraj, A.A. and T.V. Ranganathan, *A review on cellulose and its utilization from agro-industrial waste*. Drug Invent. Today, 2018. **10**(1): p. 89-94.
- [3] Khajavi, R., et al., *The Synthesis of Microbial Cellulose from Local Strain and Investigating the Nanofibre Network Produced by Different Saccharide*. Nashrieh Shimi va Mohandesi Shimi Iran, 2013. **31**(3): p. 79-93.
- [4] Galiwango, E., et al., *Isolation and characterization of cellulose and α -cellulose from date palm biomass waste*. Heliyon, 2019. **5**(12).
- [5] Babaei, B., et al., *Optimization of cellulose extraction from sugar beet pulp*. Journal of Sugar Beet, 2012. **27**(2): p. 210-197.
- [6] Abolore, R.S., S. Jaiswal, and A.K. Jaiswal, *Green and sustainable pretreatment methods for cellulose extraction from lignocellulosic biomass and its applications: a review*. Carbohydrate Polymer Technologies and Applications, 2023: p. 100396.
- [7] Emenike, E.C., et al., *Advances in the extraction, classification, modification, emerging and advanced applications of crystalline cellulose: a*

- review*. Carbohydrate Polymer Technologies and Applications, 2023. **6**: p. 100337.
- [8] Coffey, D.G., D.A. Bell, and A. Henderson, *Cellulose and cellulose derivatives*. Vol. 5. 1995: Marcel Dekker Inc.: New York, NY, USA.
- [9] Zeynali, M.E., et al., *Optimization of Reaction Conditions for Preparation of Carboxymethyl Cellulose from Sugarcane Bagasse*. Nashrieh Shimi va Mohandesi Shimi Iran, 2021. **40**(2): p. 185-194.
- [10] Salari, N., et al., *Evaluation of structural, physical and chemical properties of cellulose and nanocrystalline cellulose extracted from pruning palm trees wastes*. Iranian Journal of Wood and Paper Industries, 2021. **12**(1): p. 95-107.
- [11] Bhawani, S.A., A. Khan, and F.B. Ahmad, *Extraction of Natural Products from Agro-Industrial Wastes: A Green and Sustainable Approach*. 2023: Elsevier.
- [12] Fan, C. and Y. Zhang, *Adsorption isotherms, kinetics and thermodynamics of nitrate and phosphate in binary systems on a novel adsorbent derived from corn stalks*. Journal of Geochemical Exploration, 2018. **188**: p. 95-100.
- [13] Singh, R.K. and A.K. Singh, *Optimization of reaction conditions for preparing carboxymethyl cellulose from corn cobic agricultural waste*. Waste and Biomass Valorization, 2013. **4**: p. 129-137.

- [14] Han, W. and Y. Geng, *Optimization and characterization of cellulose extraction from olive pomace*. Cellulose, 2023. **30**(8): p. 4889-4903.
- [15] Danial, W.H., et al., *The reuse of wastepaper for the extraction of cellulose nanocrystals*. Carbohydrate polymers, 2015. **118**: p. 165-169.
- [16] Reddy, K.O., et al., *Extraction and characterization of cellulose from pretreated ficus (peepal tree) leaf fibers*. Journal of Natural Fibers, 2016. **13**(1): p. 54-64.
- [17] Roshandeh, J.M. and S.N. Ardeh, *Preparation of Alpha Cellulose from Poplar Sawdust*. Iranian Journal of Polymer Science and Technology, 2004. **17**(3): p. -.
- [18] AlidadiShamsabadi, M., *Extraction and Isolation of Wheat Straw Nanofibers and Developing LDPE/thermoplastic Starch Nanocomposite*. 2012, Isfahan University of Technology, Department of Chemical Engineering.
- [19] Hatfield, R. and R.S. Fukushima, *Can lignin be accurately measured?* Crop science, 2005. **45**(3): p. 832-839.
- [20] Galiwango, E., et al., *Klason method: an effective method for isolation of lignin fractions from date palm biomass waste*. Chemical and Process Engineering Research, 2018. **57**: p. 46-58.
- [21] Segal, L., et al., *An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer*. Textile research journal, 1959. **29**(10): p. 786-794.
- [22] Afshari-Jouybari, H. and A. Farahnaky, *Evaluation of Photoshop software potential for food colorimetry*. Journal of Food Engineering, 2011. **106**(2): p. 170-175.
- [23] Li, Q., et al., *Influencing factors for alkaline degradation of cellulose*. BioResources, 2017. **12**(1): p. 1263-1272.
- [24] Rezende, C.A., et al., *Chemical and morphological characterization of sugarcane bagasse submitted to a delignification process for enhanced enzymatic digestibility*. Biotechnology for biofuels, 2011. **4**: p. 1-19.
- [25] Magalhães, S., et al., *Lignin extraction from waste pine sawdust using a biomass derived binary solvent system*. Polymers, 2021. **13**(7): p. 1090.
- [26] Morar, I.M., et al., *FT-IR and HPLC analysis of silver fir (Abies alba Mill.) bark compounds from different geographical provenances*. Heliyon, 2024. **10**(5).
- [27] Zhang, J., et al., *Selective removal of lignin to enhance the process of preparing fermentable sugars and platform chemicals from lignocellulosic biomass*. Bioresource Technology, 2020. **303**: p. 122846.
- [28] Gupta, R. and Y. Lee, *Investigation of biomass degradation mechanism in pretreatment of switchgrass by aqueous ammonia and sodium hydroxide*. Bioresource technology, 2010. **101**(21): p. 8185-8191.
- [29] Dussan, K.J., et al., *Dilute-acid hydrolysis of cellulose to glucose from sugarcane bagasse*. Chemical engineering transaction, 2014. **38**.
- [30] Blasi, A., et al., *Lignocellulosic agricultural waste valorization to obtain valuable products: An overview*. Recycling, 2023. **8**(4): p. 61.
- [31] Małachowska, E., et al., *Which wastepaper should not be processed?* Sustainability, 2023. **15**(4): p. 2850.
- [32] Neto, W.P.F., et al., *Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from agro-industrial residue–Soy hulls*. Industrial Crops and Products, 2013. **42**: p. 480-488.
- [33] Romruen, O., et al., *Extraction and characterization of cellulose from agricultural by-products of Chiang Rai Province, Thailand*. Polymers, 2022. **14**(9): p. 1830.
- [34] Nindiyasari, F., et al., *Characterization and mechanical properties investigation of the cellulose/gypsum composite*. Journal of Composite Materials, 2016. **50**(5): p. 657-672.
- [35] Kumar, S., J.S. Upadhyaya, and Y.S. Negi, *Preparation of nanoparticles from corn cobs by chemical treatment methods*. BioResources, 2010. **5**(2): p. 1292-1300.
- [36] Rahimi, M. and R. Behrooz, *Effect of cellulose characteristic and hydrolyze conditions on morphology and size of nanocrystal cellulose extracted from wheat straw*. International Journal of Polymeric Materials, 2011. **60**(8): p. 529-541.
- [37] Noorani, S., J. Simonsen, and S. Atre, *Nano-enabled microtechnology: polysulfone nanocomposites incorporating cellulose nanocrystals*. Cellulose, 2007. **14**: p. 577-584.
- [38] Matsuo, M., K. Umemura, and S. Kawai, *Kinetic analysis of color changes in cellulose during heat treatment*. Journal of Wood Science, 2012. **58**: p. 113-119.



Journal of Food Science and Technology (Iran)

Homepage: www.fsct.modares.ir

Scientific Research

Optimization of cellulose extraction from sugarcane bagasse and comparison of its quantity and quality with other cellulosic waste sources

Pouya Rezvani¹, Ali Forouhar², Hamed Saberian³

1- Master student, Department of Food Science and Technology, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

2- Assistant Professor of Department of Food Science and Technology, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

3- Assistant Professor of Department of Agro-Industrial Waste Processing, Academic Center for Education, Culture and Research (ACECR) at IUT, Isfahan, Iran

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Article History: Received: 2025/4/23 Accepted: 2025/6/27 Keywords: Cellulose extraction, Sugarcane bagasse, Agricultural waste, FTIR, XRD DOI: 10.22034/FSCT.22.166.290. *Corresponding Author E- Saberian@acecr.ac.ir	Agricultural waste contains valuable materials such as cellulose. Extracting cellulose from lignocellulosic biomass and agricultural waste like wheat straw, sugarcane bagasse, tree leaves, sawdust, etc., can be important in improving the agricultural value chain. The aim of this research was to optimize the process of cellulose extraction from sugarcane bagasse in terms of sodium hydroxide concentration (1-10%), solvent-to-solid ratio (1:10 to 1:20 mL/g), and process time (1 to 3 hours), and to investigate its effect on the quantity and quality of the resulting cellulose. Subsequently, the optimized extraction conditions were applied to other lignocellulosic wastes, and the resulting celluloses were compared. Reducing the sodium hydroxide concentration from 10% to 1% increased the cellulose extraction yield from bagasse. This could be due to the presence of residual impurities (lignin) in the sample as a result of the lower sodium hydroxide concentration. Increasing the sodium hydroxide concentration and the solvent-to-solid ratio reduced the amount of residual lignin. The highest cellulose yield (72%) was obtained from waste paper (which had only undergone bleaching treatment), but its crystallinity was significantly reduced. Subsequently, the highest yields were obtained from sawdust, waste paper (which had been subjected to all three alkaline, acidic, and bleaching treatments), and sugarcane bagasse, with yields of 35.3%, 34.6%, and 18.4%, respectively. The highest crystallinity was also observed in cellulose derived from waste paper (which had been subjected to all three treatments), mulberry leaves, and sugarcane bagasse, with crystallinity indices of 77.22, 64.16, and 61.18, respectively. The highest brightness index and the lowest color change were observed in cellulose extracted from waste paper and sugarcane bagasse.