

استخلاص السليلوز من قشور الدخن ودراسة الخواص البصرية للبوليمر المستخلص

فاطمة حميد مالك

قسم علوم المواد، مركز أبحاث البوليمر، جامعة البصرة

DOI: <https://doi.org/10.47372/uajnas.2021.n1.a06>

المخلص

تم في هذا البحث استخلاص السليلوز الموجود في قشور الدخن التي ترمى كنفائيات من أعلاف الطيور، إذ تم استخلاص السليلوز بطرق علمية ودقيقة وإعادة الاستخلاص لعدة مرات من أجل الحصول على أفضل نتيجة. كذلك تم تشخيص السليلوز المستخلص بتقنية المجهر الإلكتروني الضوئي (FESEM) وأجريت للأغشية الرقيقة المحضرة دراسة الخواص البصرية ضمن مدى الأطوال الموجية (300-900nm) وعند سمك 100nm، إذ تم تحضير الأغشية النانوية بطريقة الطلاء البرمي (Spin Coating) ومنها تم حساب الامتصاصية البصرية والتي تكون قيمتها ثابتة لمدى الأطوال الموجية المقاسة والنفاذية التي تكون بنسبة 50% ومعامل الامتصاص (α) ومعامل الانكسار (n)، ومعامل الخمود (k) كدالة للطول الموجي وفجوة الطاقة البصرية (Eg).

الكلمات المفتاحية: استخلاص، سليلوز، طلاء برمي، خواص بصرية.

المقدمة :

السليلوز الموجود في جدار الخلية والذي يمكن إعادة تشكيله عن طريق التمثيل الضوئي، يعتبر خسائر زراعية مع العلم أن له العديد من التطبيقات، سواء أكان الطعام (غذائي) أو غير الغذائي يحتوي قشر الدخن على 15% من البروتين وغني بالألياف والفيتامينات والأحماض الأمينية مثل الليسين والميثيونين والمعادن مثل الحديد والبوتاسيوم والمغنيسيوم والفوسفور. ألياف السليلوز ومشتقاتها هي واحدة من أكثر مصادر البوليمر المتجددة والمتوفرة بكثرة. السليلوز هو بوليمر خطي ذو وزن جزيئي عالي. يتم استخلاص السليلوز من أقراص لب الخشب المقطعة كما يتم استخراج نظائر الأكسجين [3,13]. في الآونة الأخيرة، تم الاعتماد على المواد الطبيعية للحفاظ على سلامة الباحثين، وكذلك استخدام تكنولوجيا إعادة التدوير للحفاظ على البيئة وسلامتها من التلوث. من بين المواد المستخدمة هو محصول الدخن، الذي يزرع في عدة أماكن، بما في ذلك آسيا وأفريقيا، ويستخدم في عدة أغراض، بما في ذلك الغذاء، في علف الطيور، وبما أن محصول الدخن ونفايات الدخن (قشر الدخن) لها خصائص عديدة دخلت في العديد من المجالات العلمية [1,4,6]. وقد وجد أن قشر الدخن يحتوي على بولي إيثيلين عالي الكثافة، له خصائص ميكانيكية جيدة، كما تم استخدام قشور الرماد من قشور الدخن في الصناعات الخرسانية، مثل مكعبات الخرسانة الخفيفة في جدران المباني وفي ترصيف الطرق (طريق مشاة الإنسان). [5,10]. تم فحص استخدام قشر الذرة الغينية وقشر الدخن (نفايات زراعية لا قيمة لها للصناعات أو الاستخدام التنافسي كغذاء) كمخزون علف بديل وفعال من حيث التكلفة لإنتاج الإيثانول الحيوي [5,8].

المواد وطرق العمل

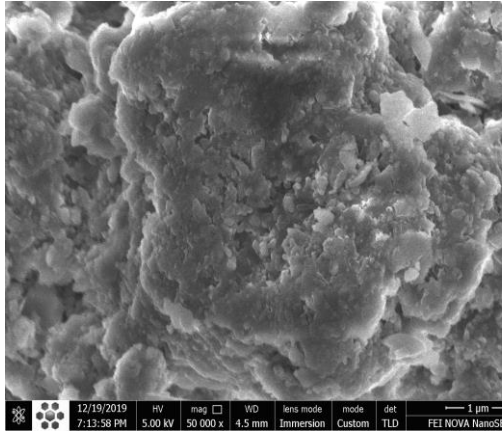
تم جمع قشور الدخن من مزارع تربية الطيور في محافظة البصرة. ثم بعدها تم وضعها داخل أكياس بلاستيكية ونقلت إلى المختبر تم طحنه جيداً مع إزالة الدهون المعلقة على النحو الآتي:- تمت إزالة الزيت من

القشرة المطحونة عن طريق استخلاص المذيب بالإيثانول عند 60°C لمدة ست ساعات. تم تجفيف العينة الخالية من المستخلصات في فرن عند 60°C لمدة 18 ساعة وتم تخزينها في الثلاجة قبل الاستخدام. تم خلط 3.3gm من العينة مع 100ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم المائي. تم تقليب الخليط لمدة ساعة في درجة حرارة الغرفة. يتم ترشيح القشرة المعالجة مسبقاً في درجة حرارة الغرفة ثم غسلها بـ 95% من الإيثانول بشكل متكرر لإزالة القاعدة. تم تجفيف العينة في الفرن عند 60°C لمدة 24 ساعة. تم خلط 0.2 جم من العينة مع 100 ml من المقطر الماء ، 15 ml حمض الخليك الجليدي و 0.2 gm من كلوريت الصوديوم. تم تقليب الخليط عند 75°C لمدة ساعتين. تم غسل البقايا باستخدام الإيثانول والماء المقطر. تم تجفيف العينة في الفرن عند 60°C لمدة 24 ساعة. كان المحصول 0.93gm من السليلوز [9]. ثم يتم إذابة السليلوز المستخرج بحمض أسيتيك 1% ويتم إجراء بعدها عمل الأغشية الرقيقة، إذ تم صب المحلول على القواعد الزجاجية ذات الأبعاد $2\text{cm} \times 2\text{cm}$ (بعد تنظيفها بالاسيتون والماء المقطر وتجفيفها) لعدد من الدورات 1000 rd/sec مع مراعاة إعادة الصب عدة مرات للتأكد من ثبات السمك والذي يساوي 100 nm .

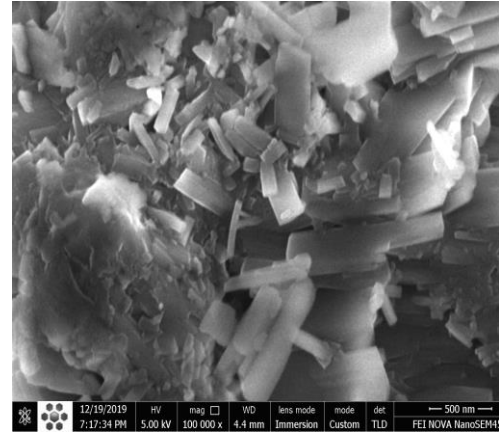
النتائج والمناقشة

1- تشخيص بالمجهر الإلكتروني الضوئي (FESEM)

تم تشخيص السليلوز المستخلص من قشور الدخن بواسطة المجهر الإلكتروني الضوئي تحت قوة تكبير $(500000X, 100000X)$ وتحت فولتية مقدارها 500Kv ، كما مبين في الشكل 1a والشكل 1b، يوضح صور للماسح الضوئي للسليلوز المستخلص بأبعاد مختلفة. حيث يبين الشكل 1a أن المنطقة البلورية في السليلوز تتكون من حزم وليس من ألياف وتظهر الحزم أكثر وضوحاً عند زيادة التكبير كما في الشكل 1b [9].



الشكل 1a



الشكل 1b

الشكل (1) :- يوضح صور للماسح الضوئي للسليلوز المستخلص بأبعاد مختلفة:-

(a) المنطقة البلورية في السليلوز عند التكبير $500000X$ ، (b) : المنطقة البلورية في السليلوز عند التكبير $100000X$

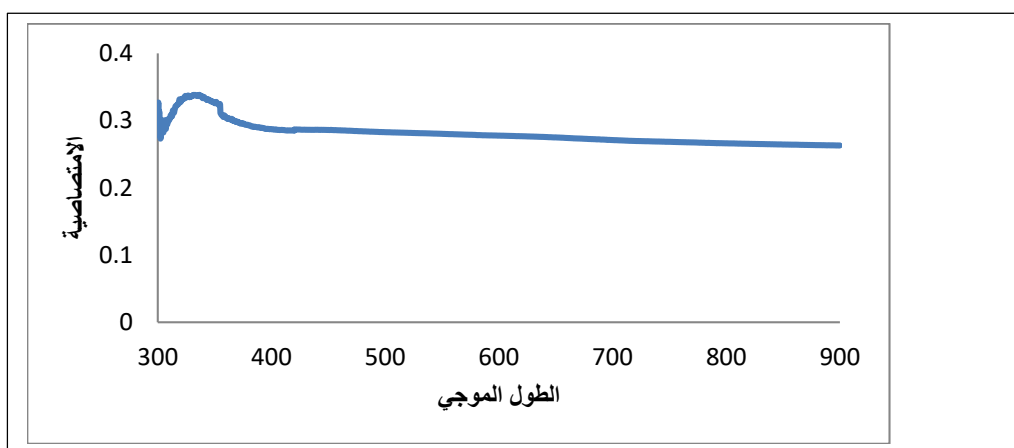
- الخواص البصرية Optical properties .

الجدير بالإشارة في موضوع الامتصاصية للأغشية الرقيقة المحضرة، أن القياسات تمت تحت ظروف المختبر من درجة حرارة 25°C وباستخدام المطياف الضوئي نوع (UV-1800) ياباني المنشأ وعلى مدى

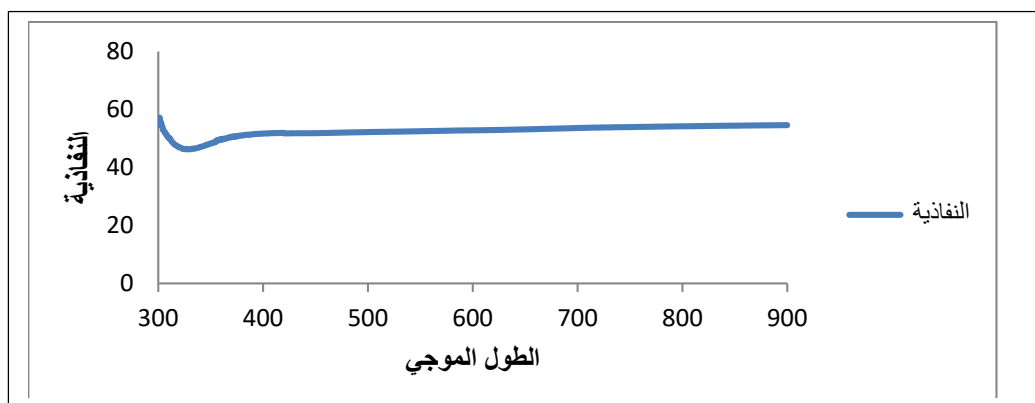
الأطوال الموجية (300-900nm)، وقد توخينا الدقة في الحصول على السمك المطلوب بإعادة الترسيب لأكثر من مرة.

الامتصاصية والنفاذية:-

أجريت قياسات الامتصاصية Absorptance والنفاذية Transmission ضمن الأطوال الموجية 300-900nm للأغشية المحضرة. يوضح الشكل 2 طيف الامتصاصية كدالة للطول الموجي. من الشكل 2 نلاحظ قيم منحني الامتصاصية تبقى ثابتة تقريباً عند 0.3 ذرة لكل وحدة مساحة لجميع الأطوال الموجية المقاسة وربما يعزى سبب ثبات الامتصاصية إلى ثبات السمك للغشاء، مع قمة بسيطة عند الطول الموجي 350nm. أما ما يلاحظ في الشكل 2 ان قيم النفاذية هي 50% للأغشية المحضرة وهذا ما يدعم نظرية أن النفاذية هي عكس الامتصاصية إي أن نصف الضوء الداخل للغشاء سوف ينفذ عند الأطوال الموجية المقاسة.



الشكل: 2 يمثل طيف الامتصاصية لغشاء السليلوز كدالة للطول الموجي



الشكل: 3 يمثل طيف النفاذية لغشاء السليلوز كدالة للطول الموجي

معامل الامتصاص (Absorbance coefficient) .

يمكن تعريف معامل الامتصاص على أنه نسبة بين فيض الطاقة ووحدة المسافة داخل الوسط ويمكن إيجاده من خلال المعادلة الآتية [9]:-

$$\alpha = \frac{2.303}{d} * a \dots \dots (1)$$

حيث ان:-

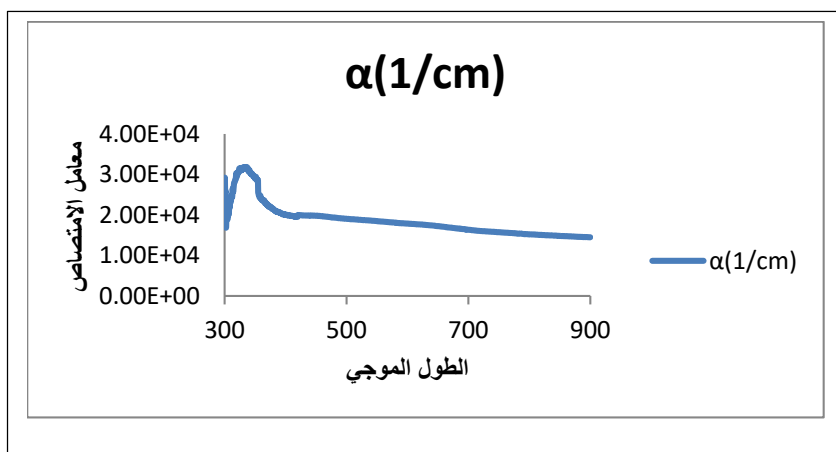
d هي سمك الغشاء، **a** هي مقدار الامتصاصية بعد التصحيح . إذ يمكن الحصول عل سمك الغشاء (**d**) من معادلة Swanpoal وحسب المعادلة التالية:-

$$d = \frac{1}{2} * \frac{\lambda_2 * \lambda_1}{\lambda_2 n_1 - \lambda_1 n_2} \dots \dots (2)$$

حيث ان:-

n : يمثل معامل الانكسار ، λ : يمثل الطول الموجي .

الشكل: 4 يمثل معامل الامتصاص كدالة للطول الموجي، حيث تبين أن الانتقال يكون انتقالي الكتروني مباشر إذ أن قيم معامل الامتصاص (α) أكبر من (10^4 cm^{-1})، ونتيجة لهذه الانتقالات المباشرة التي حصلنا عليها يتبين لنا أن التغيير في قيمة الزخم تكون صفراً" ($\Delta k = 0$) أي ان الزخم والطاقة محفوظان لجميع الأغشية المحضرة [2].



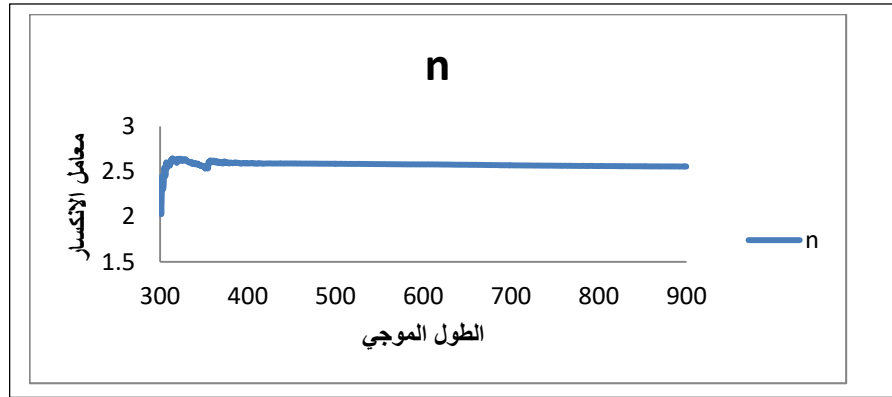
الشكل:4: يمثل معامل الامتصاص لغشاء السليلوز كدالة للطول الموجي

معامل الانكسار (Refractive index).

يعرف معامل الانكسار على أنه النسبة بين سرعة الضوء في الفراغ إلى سرعته في هذا الوسط. وهو معامل يبين مدى تأثير المادة بالأمواج الكهرومغناطيسية. يمكن أن يحسب من العلاقة الآتية [2]:-

$$n = \frac{1 + R}{1 - R} + \sqrt{\frac{4R}{(1 - R)^2} - K^2} \dots \dots (3)$$

الشكل 5 يبين معامل الانكسار كدالة للطول الموجي، حيث من الشكل نجد أن معامل الانكسار تكون قيمته ثابتة إذ تبدأ من 2 وتستقر عند 2.5 تقريباً للأغشية المحضرة من السليلوز المستخلص، ويمكن تفسير هذه النتيجة أن السليلوز يكون غير شفاف وأن الأمواج الكهرومغناطيسية التي امتصت من قبل الغشاء تكون متأثرة بالوسط.



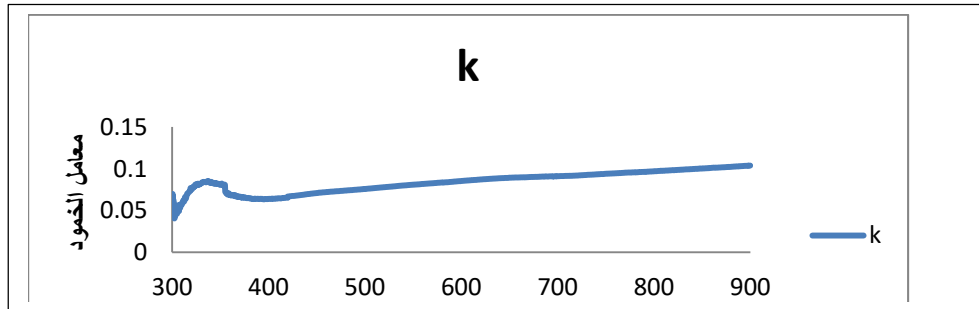
الشكل 5: يمثل معامل الانكسار لغشاء السليلوز كدالة للطول الموجي

معامل الخمود (Extinction coefficient calculation).

إن معامل الخمود هو مقياس لجزء الضوء الضائع نتيجة للتشتت والامتصاص لوحدة المسافة من اختراق الوسط ويمكن ايجاده من قيم معامل الامتصاص α والطول الموجي λ باستخدام العلاقة التالية:

$$K = \frac{\alpha \lambda}{4\pi} \dots \dots \dots (5)$$

الشكل 6: يمثل العلاقة بين معامل الخمود كدالة للطول الموجي، حيث يظهر ان قيم معامل الخمود لأغشية السليلوز المستخلص تزداد مع زيادة الأطوال الموجية من (380-900nm) وذلك بسبب الخسائر الحاصلة في الموجة الكهرومغناطيسية الناتجة من امتصاص الفوتونات الساقطة وحدثت عملية انتقال الإلكترون من بين الأواصر $\pi - \pi^*$ (الأصرة المزدوجة) [14]. على رغم من ان قيم معامل الخمود تكون قليلة والتي تكون ما بين 0.04-0.1.



الشكل 6: يمثل معامل الخمود لغشاء السليلوز كدالة للطول الموجي

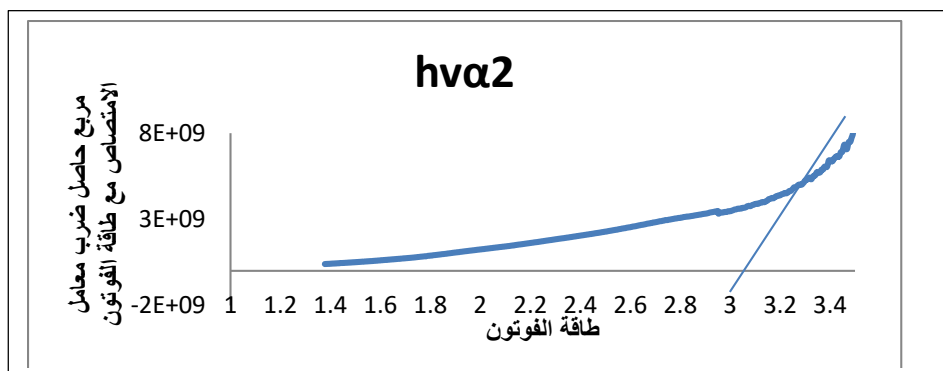
فجوة الطاقة البصرية Optical energy gap.

بما أن الانتقال الإلكتروني هو انتقال مباشر فإنه لا يحتاج اي مساعدة من الاهتزازات الشبكية لحصوله كما أن معامل الامتصاص في مثل هذا النوع من الاغشية يزداد بحدده مع زيادة طاقة الفوتون ، عندما تصبح طاقة الفوتون اعلى من طاقة الفجوة. ومعامل الامتصاص كدالة لطاقة الفوتون نحصل عليها من العلاقة الآتية:-

$$(\alpha h\nu) = B (h\nu - E_g)^f \dots \dots \dots (6)$$

فإذا كان $(r=1/2)$ يكون الانتقال مباشراً مسموحاً، أما إذا كان $(r=3/2)$ فإن الانتقال يكون مباشراً ممنوعاً [14]. والشكل 7 يبين العلاقة بين مربع حاصل ضرب معامل الامتصاص وطاقة الفوتون، إذ تم رسم العلاقة بين $(\alpha h\nu)^2$ مقابل طاقة الفوتونات $(h\nu)$ ومن ثم رسم خط مستقيم على امتداد المنطقة التي يحدث فيها تزايد سريع في مقدار $(\alpha h\nu)^2$ بحيث يقطع مقدار طاقة الفوتونات ونقطة التقاطع تمثل قيمة فجوة الطاقة والتي تساوي قيمتها 3

. eV



الشكل 7 يبين العلاقة بين $\alpha h\nu^2$ مع طاقة الفوتون

الاستنتاج

في هذه الدراسة تم الحصول على نتائج مرضية منها امتصاصية ثابتة لمدى الأطوال الموجية المقاسة ومعامل امتصاص ضمن الانتقال المباشر لمستويات الطاقة، ومعامل الانكسار يكون ضمن مدى 2.5 أي تكون شبه شفافة وهذا يوفر فرصة تشويب (تطعيم) البوليمر المستخلص وضمان إمكانية استخدامه في التطبيقات الضوئية مثل صناعة خلايا شمسية باستخدام السليلوز مع بوليمر آخر وكذلك في صناعة ثنائيات ضوئية (ترانزسترات).

References

- 1- Abubakar ,M. D. , (2010). Pattern of energy consumption in millet production for selected farms in Jigawa, Nigeria. Australia Journal of Applied Sciences, , 4(4), p.665-672.
2. Abdulallah ,Saad J. (2016).Preparation of Pure and Doped with Aluminum Zinc Oxide (ZnO) Thin Films byUsing (Sol – Gel)Technique and the Study of Optical Properties and Applications as AGas Sensor,A ThesisSubmitted to the college of education of pure science University of Basrah In Partial fulfillment of Requirements for the degree of,Master of Science in Physics ,pp (1-140)
3. Amadou I, Gounga ME, Le GW(2019). "Millets: Nutritional composition, some health benefits and processing-A review". Emirates Journal of Food and Agriculture. (501):pp1-
- 4- Behzad ,K., (2014) "Influence of fiber surface treatment on the physical and mechanical properties of wood flour-reinforced polypropylene bionanocomposites" Journal of Thermoplastic Composites Materials, (23) , PP. 1–10.
5. Das H, Singh SK, (2004) Useful byproducts from cellulosic wastes of agriculture and food industry--a critical appraisal Crit Rev Food Sci Nutr.;44(2):77-8.
- 6- Hammajam, A.A, Ismarrubie, Z.N, S. M. Sapuan, (2014). Millet Husk Fiber Filled High Density Polyethylene Composites and its Potential Properties, International Journal of Engineering and Technical Research (IJETR), ISSN: 2321-0869, (2) PP,248-250.

-
- 7- Hammajam, A.A, Z.N, Ismarrubie, S.M, Sapuan; (2011,) Millet Husk Fiber Filled High Density Polyethylene Composites and its Potential Properties Fouth Postgraduate Composites Symposium, Universiti Putra Malaysia, PP.54-58.
 - 8- Kevin J.(2019). A high yield cellulose extraction system for small whole wood samples and dual measurement of carbon and oxygen stable isotopes, Chemical Geology, (504), , PP 53-65.
 - 9- Malk ,Fatima H. (2016).,Study of the optical and electrical properties of poly(3-Hioxy Thiophene ,2-5 dily) (P3HT)and the effect of Orange G on the properties and its apppication in fabraiction of its,. A Thesis Submitted to the college of education of pure science University of Basrah In Partial fulfillment of Requirements for the degree of,Master of Science in Physics ,pp:(1-122) .
 - 10-María G. Guillermo R., Claudia O.(2018) ,Isolation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Rejected Fibers Originated in the Kraft Pulping Process, Polymers, 10, 1145; p(1-11). doi:10.3390/polym10101145.
 - 11- Oyeleke, S. B.* and Jibrin, N. M. (2009). Department of Microbiology, Production of bioethanol from guinea cornhusk and millet husk ,African Journal of Microbiology Research (3) (4) PP. 147-152, Available .
 - 12- Samaila M., (2015). Extraction of cellulose from waste Millet husks and its hydrolysis to glucose using solid acid catalyst , Katsina Journal of Natural and Applied Sciences (4): 2 September, (ISSN: 2141-0755).
 13. Singh, J. (2006). " Optical Properties of Condensed Matter and Applications". John Wiley and Sons, Ltd. ISBN: 0-470-02192-6.
 - 14- Suma ,F. P and Asna Urooj, (2015.) Isolation and Characterization of Starch from Pearl Millet (Pennisetum typhoidium) Flours, International Journal of Food Properties, 18:2675–2687,

Cellulose extraction from millet husks and studying optical properties of the extracted polymer

Fatima H. Malk

Department of Materials Science, Polymer Research Center, Basra University, Iraq

fatima.hameed16@yahoo.com

DOI: <https://doi.org/10.47372/uajnas.2021.n1.a06>

Abstract

In this work, the cellulose Extraction of millet husks , that were thrown as waste from bird feed was extracted, as cellulose was extracted in scientific and accurate methods and re-extracted several times in order to obtain the best result. The cellulose extracted was also diagnosed with the technology of optical microscopy (FESEM) and performed for thin films The study of the optical properties within the wavelength range (300-900nm) and at a thickness of 100nm, as the nanoparticles were prepared by the method of spin coating, from which the optical absorbance was calculated, which has a fixed value for the measured wavelengths and tan of 50%, and the absorption coefficient (α), refractive index (n), inactivity coefficient (k) as a function of wavelength and optical energy gap (E_g).

Key word: Extraction, cellulose, Spin coating, optical properties.