

## بررسی ویژگی‌های فیزیکی، مکانیکی و ریخت‌شناسی فوم تهیه شده از پلی‌لاکتیک اسید و میکروکریستالین سلولز

### چکیده

فوم‌های تهیه شده از پلی‌لاکتیک‌اسید که پلیمری طبیعی است، به عنوان جایگزینی برای فوم‌های پایه نفتی معرفی شده است. با این‌وجود استفاده از این فوم‌ها از نظر ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی با محدودیت‌هایی روبرو هستند. برای بهبود کیفیت فوم‌های پلی‌لاکتیک‌اسید، می‌توان از عوامل هسته‌زا طبیعی مانند مشتقات سلولزی استفاده نمود. در این تحقیق، فوم‌های پلی‌لاکتیک‌اسید با ترکیب آرد چوب، عامل فوم‌زا و عامل هسته‌زا در دستگاه اکسترودر و سپس قالب‌گیری زیر پرس تهیه شدند. اثر میکروکریستالین سلولز به عنوان عامل هسته‌زا در تولید فوم پلی‌لاکتیک‌اسید/آرد چوب با عامل فوم‌زای آزودی‌کربن‌آمید مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد، با افزایش مقدار عامل فوم‌زا تا سطح ۳ درصد و عامل هسته‌زا تا سطح ۴ درصد، چگالی پانل فوم ساخته شده تا ۵۲/۴۵ درصد کاهش یافته است. کاهش چگالی همراه با افزایش تخلخل، افزایش نرخ انبساط، افزایش جذب آب، افزایش واکنشیدگی ضخامت در تمام سطح تیمارها (تا ۱ تا ۳ درصد عامل فوم‌زا) و عامل هسته‌زا (۱ تا ۴ درصد) معنی‌دار بوده است. همچنین، این کاهش چگالی منجر به کاهش مقاومت کششی و خمشی و افزایش مقاومت به ضربه شده است. تغییرات مورفولوژیکی فوم‌های ساخته شده نیز با تصاویر میکروسکوپی (SEM) تایید شد.

**واژگان کلیدی:** فوم زیست‌تخریب‌پذیر، پلی‌لاکتیک‌اسید، فوم میکروسلولی، مقاومت‌های مکانیکی، جذب آب.

محمد پودینه<sup>۱</sup>

بابک نصرتی<sup>۲\*</sup>

محمد دهمرده قلعه‌نو<sup>۳</sup>

سعیدرضا فرخ پیام<sup>۴</sup>

<sup>۱</sup> دانشجوی دکتری، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه زابل، زابل، ایران

<sup>۲</sup> دانشیار، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه زابل، زابل، ایران

<sup>۳</sup> استادیار، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه زابل، زابل، ایران

<sup>۴</sup> دانشیار، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه زابل، زابل، ایران

مسئول مکاتبات:

[nosrati.babak@uoz.ac.ir](mailto:nosrati.babak@uoz.ac.ir)

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۰۳/۰۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۹/۱۰

### مقدمه

طی چند دهه اخیر، مصرف بی‌رویه پلاستیک‌ها و مشکلات دفن آنها، خطرات زیست‌محیطی جدی را به همراه داشته است. بنابراین استفاده از پلیمرهای زیست‌پایه و زیست‌تخریب‌پذیر روز به روز در حال گسترش می‌باشد. پلی‌لاکتیک‌اسید<sup>۱</sup> (PLA) یک پلیمر زیست‌پایه، زیست‌سازگار و زیست‌تخریب‌پذیر است که به دلیل مشکلات زیست‌محیطی ناشی از پلاستیک‌های سنتزی

پایه نفتی، مورد توجه قرار گرفته است [۱]. PLA دارای ساختار آلیفاتیک خطی است که از طریق فرآیند پلیمریزاسیون از مونومر لاکتیک اسید بدست می‌آید. لاکتیک اسید از فرآیند تخمیر قند مواد زیستی ذرت، گندم و غیره تولید می‌شود. هزینه تولید PLA در مقایسه با پلیمرهای سنتزی نفتی که در کاربردهای مشابه استفاده می‌شوند، بیشتر است اما با توجه به مسائل زیست‌محیطی، استفاده از PLA در کاربردهای مختلف در حال گسترش می‌باشد [۲]. با این وجود، این زیست‌پلیمر دارای معایبی نظیر نرخ کریستالیزاسیون پایین، دمای ذوب

<sup>۱</sup> Poly Lactic Acid

در فوم‌سازی شیمیایی، فوم از طریق تخریب یک عامل شیمیایی دمنده<sup>۲</sup> (CBA) که با پلیمر ترکیب شده است، ساخته می‌شود. آزودی‌کربن‌آمید<sup>۳</sup>، سدیم بی‌کربنات، سیتریک اسید و بنزن سولفونیل هیدرازید از جمله رایج-ترین CBAs هستند [۸]. انتخاب نوع CBAs، بستگی به دمای فرآیند تولید فوم (نوع پلیمر)، دمای تخریب CBAs، تاثیر مقدار CBAs باقیمانده پس از تخریب و ویژگی‌های پلیمر دارد. آزودی‌کربن‌آمید (ACA)، یکی از مهمترین عوامل فوم‌زا می‌باشد که به دلیل کارایی بالا در تولید گاز (CO<sub>2</sub>، CO و N<sub>2</sub>)، توزیع مناسب در بستر پلیمری، قیمت کم و سمیت پایین در تولید فوم‌های پلیمری مورد استفاده قرار گرفته است [۹] (شکل ۱).

این ماده در دمای ۲۳۰ درجه سانتی‌گراد تخریب می‌شود اما با افزودن مقداری فعال‌ساز مانند اکسید روی<sup>۴</sup> و استتارات روی<sup>۵</sup>، این دما تا ۴۰ درجه سانتی‌گراد نیز کاهش می‌یابد [۱۰]. با این حال، کاهش چگالی و ساختار متخلخل بیشتر از طریق افزودن عواملی به نام مواد هسته‌زا قابل دستیابی است. هسته‌زایی، فرآیند تشکیل فاز جدید (حباب/سلول) از طریق یک فرآیند ترمودینامیکی برگشت‌پذیر با فاز پلیمر بستر است. هسته‌زایی در سه شکل قابل تشکیل است: هسته‌زایی همگن (زمانی که یک مقدار گاز در داخل فاز پلیمری حل می‌شود تا حباب‌های پایدار تشکیل دهد)، هسته‌زایی ناهمگن (تداخل پلیمر و مواد افزودنی) و هسته‌زایی ترکیبی (رقابت بین هسته‌زایی همگن و ناهمگن). هسته‌زایی ناهمگن در حضور عوامل هسته‌زا صورت می‌پذیرد که به عنوان مراکز هسته‌زایی عمل می‌کنند. این مواد به دلیل نسبت زیاد سطح و حجم و اثر متقابل قوی با پلیمر، تعداد نقاط هسته‌زایی را افزایش می‌دهند. مواد مختلفی مانند تالک، رس، نانوسیلیس، گرافن، نانولوله کربنی و الیاف سلولزی به عنوان هسته‌زا در فرآیند تولید فوم PLA قابل استفاده است. این مواد، در صورت استفاده همراه با PLA، ویژگی‌های PLA از جمله نرخ کریستالیزاسیون، را بهبود می‌بخشند [۱۰]. Dahmardeh Ghalehno و همکاران (۲۰۲۰)

پایین و خاصیت شکنندگی می‌باشد که در صورت استفاده صنعتی، نیازمند استفاده از مواد افزودنی برای بهبود این ویژگی‌ها می‌باشد. یکی از کاربردهایی که PLA قابلیت جایگزینی با پلیمرهای نفتی را دارد می‌باشد در ساخت فوم پلیمری می‌باشد. این فوم‌ها به دلیل خواص مطلوبی که دارند (وزن کم، نسبت مقاومت به دانسیته مناسب، عایق فوق‌العاده و توانایی جذب انرژی) در زمینه‌های مختلفی مورد استفاده قرار می‌گیرند. در حال حاضر، ماده اصلی تولید فوم، پلیمرهای پلی‌یورتان، پلی‌استایرن و پلی-پروپیلن می‌باشد. به دلیل مصرف کم پلیمر در ساخت این مواد، هزینه نهایی نیز کاهش پیدا کرده و در این صورت استفاده از PLA به عنوان جایگزین پلیمرهای نفتی مانند پلی‌استایرن توجیه‌پذیر است [۳-۵]. فوم‌های پلیمری اغلب براساس اندازه سلول، چگالی، نرخ انبساط و ساختار سلول دسته‌بندی می‌شوند. دسته‌بندی اندازه و چگالی این نوع فوم‌ها شامل فوم معمولی، فوم سلول ریز، فوم میکروسلولی و فوم نانوسلولی می‌باشند که اندازه متوسط سلولی در آنها به ترتیب بالای ۱۰۰ میکرومتر، بین ۱۰-۱۰۰ میکرومتر، بین ۱۰۰ نانومتر تا ۱۰ میکرومتر و زیر ۱۰۰ نانومتر هستند. همچنین چگالی سلولی این فوم‌ها نیز کمتر از  $1.06 \text{ cell/cm}^3$ ،  $1.06 - 1.09 \text{ cell/cm}^3$ ،  $1.09 - 1.12$  و بیشتر از  $1.15$  سلول بر سانتی‌متر مکعب می‌باشد [۶; ۷]. در سال‌های اخیر، فوم‌های میکروسلولی و نانوسلولی به دلیل اندازه سلولی کوچکتر که خواص عایق حرارتی و برخی ویژگی‌های مکانیکی (مانند مقاومت ضربه، مقاومت به خستگی و سفتی) بهتری دارند مورد توجه قرار گرفته‌اند [۷]. به منظور دستیابی به یک فوم مناسب و با کیفیت، فرآیند فوم‌سازی می‌بایست شامل مراحل زیر باشد: الف) حل کامل گاز دمنده در یک پلیمر تحت شرایط فشار و دمای مناسب، ب) ایجاد یک ناپایداری ترمودینامیکی ناگهانی برای تشکیل همگن مخلوط گاز/پلیمر، ج) کنترل رشد سلول برای جلوگیری از ادغام یا فروپاشی<sup>۱</sup> سلول. عوامل دمنده گازی می‌توانند در وضعیت جامد (افزودنی) یا مذاب پلیمر (تزریق گاز) به آن اضافه شوند [۵]. براساس نوع عامل دمنده، روش‌های فوم‌سازی می‌توانند به دو دسته تقسیم بندی شوند. فوم‌سازی شیمیایی و فیزیکی.

<sup>2</sup> Chemical Blowing Agent

<sup>3</sup> Azodicarbonamide

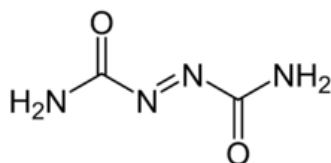
<sup>4</sup> zinc oxide

<sup>5</sup> zinc stearate

<sup>1</sup> Collapse

ACA را بررسی و نشان دادند که مقاومت کششی به دلیل افزایش تعداد سلول‌ها که ناشی از افزایش گاز حاصل از تخریب ACA بوده است، کاهش یافته است. همچنین مقدار جذب آب نیز با افزایش تخلخل، افزایش یافته است [۱۳]. از آنجایی که پلیمر PLA پلیمری شکننده و دارای مقاومت پایینی است، کاربرد محصولات ساخته شده از آن محدود خواهد شد بنابراین برای بهبود ویژگی‌های موردنیاز در طی مصرف محصولات ساخته شده از آن راهکارهایی با رویکرد کاهش مصرف عوامل پلیمری نفتی یا استفاده از مواد زیستی دیگر موردنیاز است. با توجه به این موضوع، در این پژوهش از میکروکریستالین سلولز به عنوان افزودنی زیست‌تخریب‌پذیر و ارزان قیمت به منظور بهبود ویژگی‌های پلیمر زیستی PLA در ساخت فوم میکروسلولی استفاده شد.

تاثیر گرافن را بر ویژگی‌های کامپوزیت فوم پلی‌اتیلن و آرد چوب (با عامل فومزا ACA) بررسی کردند. نتایج آنها نشان داد که با افزایش مقدار گرافن، اندازه سلول فوم کاهش یافته اما چگالی سلولی افزایش یافته است. همچنین کارایی هسته‌زایی سلول با حضور گرافن اثر معنی‌دار داشته است و ویژگی مکانیکی نمونه‌ها با افزایش عامل فومزا کاهش یافته است [۱۱]. Kord (۲۰۱۲) تاثیر عامل فومزا بر ویژگی‌های فیزیکی، مکانیکی و مورفولوژی کامپوزیت فوم پلی‌اتیلن/ آرد پوسته برنج را بررسی کرد. نتایج تحقیق وی نشان داد که با افزایش مقدار عامل فومزا، چگالی، مدول کششی، مقاومت کششی و مقاومت خمشی نمونه‌ها کاهش یافته است در حالی که جذب آب، واکنش‌پذیری ضحامت و اندازه سلول افزایش یافته است [۱۲]. Abu Hassan و همکاران (۲۰۲۰) ویژگی‌های مکانیکی و حرارتی فوم تهیه شده از PLA، الیاف کنف و



شکل ۱- ساختار شیمیایی آزودی‌کربن‌آمید

مواد اولیه پس از توزین، با استفاده از دستگاه اکسترودر دومارپیچه ناهمسوگرد (دکتر کولین، آلمان) با ناحیه دمایی ۱۶۵، ۱۷۰، ۱۷۵ و ۱۶۰ درجه سانتی‌گراد و سرعت چرخش ۴۰ دور بر دقیقه، ترکیب شده و ترکیب نهایی، خنک شد. میزان مصرف عامل فومزا، صفر تا ۳ درصد وزنی و میزان میکروکریستالین سلولز صفر تا ۴ درصد وزنی PLA انتخاب شد. نسبت PLA و آرد چوب نیز ۸۰:۲۰ (نسبت وزنی) تعیین گردید. سپس مواد توسط خردکن نیمه صنعتی WIESER WGL مدل S200 به گرانول‌های کوچک تبدیل شد. گرانول‌ها در قالب ۴۰×۴۰ سانتی‌متر ریخته شده و تحت یک چرخه پرس گرم و سرد قرار گرفتند (برای ذوب PLA و فعال‌سازی آزودی‌کربن‌آمید). در طی پرس گرم، نمونه‌ها به مدت ۴ دقیقه در دمای ۱۴۰ درجه سانتی‌گراد پیش‌حرارت‌دهی شدند و فرآیند تهویه و تخلیه گاز به مدت ۵ دقیقه انجام گرفت. سپس نمونه‌ها در پرس اصلی با دمای ۱۹۰ درجه

## مواد و روش‌ها

### مواد

در این مطالعه PLA مورد نیاز از شرکت صنایع پتروشیمی خلیج فارس ایران با وزن ملکولی  $g/mol$  ۱۸۰۰۰۰، چگالی  $g/cm^3$  ۱/۲۷ و نقطه ذوب  $^{\circ}C$  ۱۶۰ خریداری شد. میکروکریستالین سلولز ۱ (MCC) با مشخصات درجه پلیمریزاسیون ۳۴۰، وزن مولکولی ۳۹۸ گرم بر مول و توزیع اندازه ذرات ۱۲۰-۲۰ میکرومتر از شرکت بکا (آلمان) تهیه گردید. عامل فومزای آزودی‌کربن آمید با نام تجاری AC-K از شرکت Gong Chano کشور چین تهیه شد. از اکسید روی برای کاهش دمای فعال-سازی آزودی‌کربن آمید از دمای ۲۱۰ درجه سانتی‌گراد به ۱۶۵ تا ۱۷۵ درجه سانتی‌گراد به میزان وزنی ۱/۵ درصد عامل فومزا استفاده شد.

<sup>1</sup> Micro Crystalline Cellulose

همچنین آزمون SEM برای ارزیابی ویژگی‌های ریخت-شناسی فوم ساخته شده انجام گرفت. جدول تیمارهای انجام شده در این تحقیق در جدول ۱ نشان داده شده است:

سانتی‌گراد و فشار ۵۰ بار به مدت ۶ دقیقه گرفت داده شد. در نهایت، نمونه‌ها به مدت ۴ دقیقه تحت پرس سرد قرار گرفتند. بعد از طی مراحل پرس، پانل‌های قالب‌گیری شده در دمای اتاق به مدت ۴۸ ساعت نگهداری شدند و برای آزمون‌های فیزیکی و مکانیکی برش داده شدند.

جدول ۱- تیمارهای انجام شده در این تحقیق

MCC (%)	ACA (%)	نسبت آرد چوب / پلی‌لاکتیک‌اسید	ترکیب فوم
۰	۰	۸۰:۲۰	۱
۰	۱	۸۰:۲۰	۲
۰	۳	۸۰:۲۰	۳
۱	۱	۸۰:۲۰	۴
۲	۱	۸۰:۲۰	۵
۴	۱	۸۰:۲۰	۶
۱	۳	۸۰:۲۰	۷
۲	۳	۸۰:۲۰	۸
۴	۳	۸۰:۲۰	۹

جذب آب و واکنش‌پذیری ضخامت براساس استاندارد ASTM D570، آزمون‌های مکانیکی شامل مقاومت کششی و مدول الاستیسیته کششی (استاندارد ASTM 16638-02) و مقاومت خمشی و مدول الاستیسیته خمشی (استاندارد ADSTM D790) و مقاومت به ضربه (استاندارد ASTM D256-02) انجام شد. تعداد سلول‌ها برای محاسبه چگالی سلولی با استفاده از تصاویر SEM، مشخص گردید. از رابطه ۴ برای محاسبه چگالی سلولی استفاده گردید:

$$N = \left[ \frac{n}{a \times b} \right]^3 \times \frac{\rho_u}{\rho_f} \times 10^{12} \quad (4)$$

که در آن N: چگالی سلول‌ها (cell/cm<sup>3</sup>) در قسمت بررسی شده، n: تعداد سلول‌ها در محدوده مشخص شده، a×b مساحت ناحیه مشخص شده،  $\rho_u$ : چگالی قسمت فوم نشده (g/cm<sup>3</sup>)،  $\rho_f$ : چگالی قسمت فوم شده (g/cm<sup>3</sup>) می‌باشد.

پس از برش نمونه‌ها (۵ تکرار)، چگالی پانل ساخته شده براساس استاندارد ASTM D1622 (قسمت فوم نشده  $\rho_u$  و قسمت فوم شده  $\rho_f$ ) با استفاده از رابطه ۲ و ۳ محاسبه گردید:

$$\rho_u \text{ or } \rho_f = \frac{m}{v} \quad (1)$$

M وزن پانل ساخته شده و v حجم پانل می‌باشد. چگالی متوسط نمونه‌ها براساس میانگین ۵ تکرار محاسبه شد. چگالی PLA ۱/۲۷g/cm<sup>3</sup> می‌باشد. کسر توخالی<sup>۳</sup> (Vf) و نرخ انبساط<sup>۴</sup> (ER) با استفاده از رابطه‌های زیر محاسبه شدند:

$$Vf = \frac{\rho_u - \rho_f}{\rho_u} \times 100 \quad (2)$$

$$ER = \frac{\rho_u}{\rho_f} \quad (3)$$

<sup>1</sup> Unfoamed

<sup>2</sup> Foamed

<sup>3</sup> Void fraction

<sup>4</sup> expansion ratio

## نتایج و بحث

## اندازه سلول و چگالی سلولی

نتایج مربوط به میانگین اندازه سلول و چگالی سلولی پانل‌های فوم ساخته شده در جدول ۲ نشان داده شده است. با تخریب آزودی کربن‌آمید در اثر حرارت فرآیند پرس و انتشار گاز (CO<sub>2</sub>، CO، N<sub>2</sub>) از آن، بافت متخلخل پانل تشکیل می‌شود. با افزایش میزان گاز ناشی از تخریب مقدار بیشتر ACA، این گازها در داخل ماتریس پلیمری جریان پیدا کرده و منجر به رشد سلول‌های نامنظم پانل

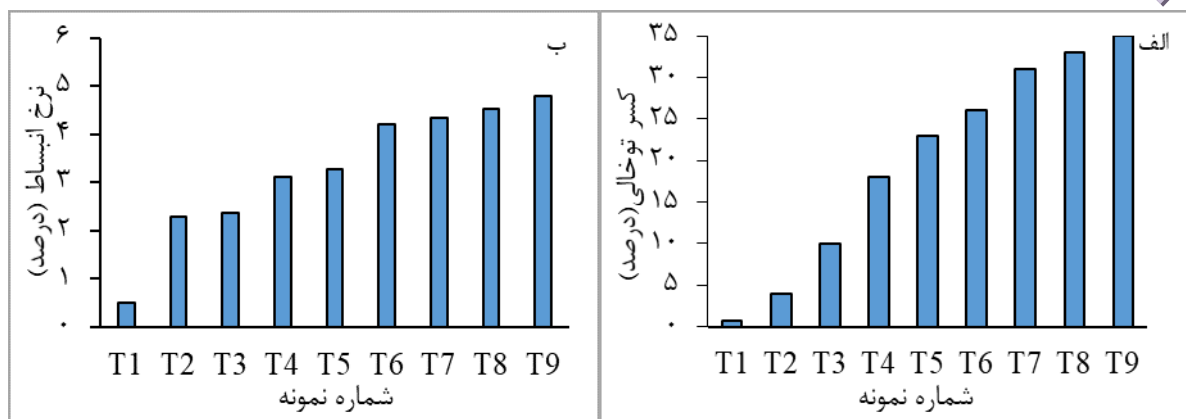
می‌شود در نتیجه حفرات بیشتر و به علت محدودیت ایجاد شده به خاطر وجود ماتریس پلیمری، اندازه سلول کوچکتر خواهد شد. این نتایج با یافته‌های Dahmardeh Ghalehno (۲۰۲۰) و Kord (۲۰۱۳) مطابقت دارد. همچنین با افزودن میکروکریستالین سلولز به عنوان عامل هسته‌زا، به دلیل کاهش سطح انرژی حباب‌های ناشی از گازهای آزاد شده، شکل‌گیری حفرات تسریع شده و تخلخل افزایش می‌یابد.

جدول ۲- نتایج اندازه سلول و چگالی متوسط سلولی نمونه‌ها

ترکیبات فوم	اندازه سلول (μm)	چگالی متوسط (cell/cm <sup>3</sup> )
۱	۲۵۰	$7/6 \times 10^4$
۲	۸۰	$3/14 \times 10^8$
۳	۵۳	$4/33 \times 10^8$
۴	۳۵	$4/5 \times 10^8$
۵	۲۵	$4/89 \times 10^8$
۶	۱۵	$8/2 \times 10^8$
۷	۸	$9/1 \times 10^8$
۸	۵	$1/2 \times 10^9$
۹	۱/۵	$1/4 \times 10^9$

شکل ۲، الف و ب به ترتیب، درصد کسر توخالی و نرخ انبساط پانل‌های ساخته شده را نشان می‌دهد. کسر توخالی به عنوان شاخصی برای میزان تخلخل ایجاد شده در فوم شناخته می‌شود. با افزایش درصد ACA نرخ انبساط و کسر توخالی افزایش پیدا کرده است. برای دستیابی به یک ساختار سلولی یکنواخت و همراه با تخلخل بالا در فوم، گاز ایجاد شده در فرآیند باید در پلیمر بستر به صورت مناسبی حل شود. این حل‌شوندگی در زمانی که از عامل فوم‌زای شیمیایی استفاده می‌شود، در اثر حرارت که منجر به تخریب عامل فوم‌زا می‌شود، به وجود می‌آید. بنابراین هرچقدر اختلاط بهتری قبل از شروع تخریب عامل فوم‌زا صورت پذیرد، حل‌شوندگی گاز بیشتر بوده و تخلخل بیشتری در فوم ایجاد می‌شود. مقایسه کسر توخالی کامپوزیت PLA/آردچوب با سایر نمونه‌ها نشان می‌دهد که افزودن ۱ درصد وزنی ACA منجر به افزایش کسر توخالی به میزان ۴ درصد و افزودن ۱

درصد MCC همراه با ACA کسر توخالی را به میزان ۱۸ درصد افزایش داده است. همچنین با افزایش ACA (۳ درصد) و MCC (۴ درصد) کسر توخالی تا ۳۵ درصد افزایش یافته است، که نشان‌دهنده کارایی و اثر متقابل ACA و MCC می‌باشد. نرخ انبساط نیز که نسبت چگالی قسمت فوم نشده به چگالی قسمت فوم شده را نشان می‌دهد. در اثر تخریب ACA در دمای ۱۹۰-۱۷۰ درجه سانتی‌گراد، گازهای N<sub>2</sub> (۶۵ درصد)، مونوکسید کربن (۲۵ درصد)، آمونیاک (۵ درصد) و دی اکسید کربن (۵ درصد) آزاد می‌شود [۱۴]. روند افزایشی نرخ انبساط نیز مرتبط با افزایش تعداد سلول‌های فوم و رشد آن‌ها در طی فرآیند ساخت می‌باشد. Zong و همکاران (۲۰۲۰) نیز روند افزایش نرخ انبساط را همراه با کاهش چگالی فوم و افزایش کسر توخالی فوم با افزایش مقدار عامل فوم‌زا و عامل هسته‌زا را گزارش دادند [۱۵].



شکل ۲- نتایج کسر توخالی (الف) و نرخ انبساط (ب) پانل‌های ساخته شده

روند جذب آب نمونه‌ها در شکل ۳ نشان داده شده است. افزایش جذب آب رابطه مستقیمی با تعداد سلول‌های ایجاد شده در فوم دارد. میزان جذب آب در نمونه شاهد، بعد از ۷۲۰ ساعت، ۵/۵ درصد مشاهده شد، در حالی که در نمونه تهیه شده با ۱ درصد ACA، میزان جذب آب پس از ۷۲۰ ساعت به ۱۳/۲ درصد رسید. افزایش مقدار میکروکریستالین سلولز جذب آب را در پانل افزایش داده است این امر می‌تواند به دلیل وجود گروه‌های آبدوست در ساختار میکروکریستالین سلولز باشد. در نمونه T۹ که کسر توخالی آن ۳۵ درصد بود، جذب آب ۱۹/۶۰ درصد اندازه‌گیری شد. این نتایج نشان‌دهنده تاثیر مقدار ACA و MCC بر مقدار جذب آب در فوم می‌باشد. این یافته‌ها در مجموع از این ایده حمایت می‌کنند که سلولز میکروکریستالی، با خواص آبدوست خود، می‌تواند جذب آب را افزایش دهد. مطالعات Khan در سال ۱۹۸۸ نشان داد که MCC آب را در ساختار داخلی خود جذب می‌کند و منجر به تغییراتی در خواص فیزیکی و مکانیکی می‌شود [۱۶].

جدول ۳ نتایج مربوط به ویژگی‌های فیزیکی فوم‌های ساخته شده را نشان می‌دهد. ایجاد تخلخل از طریق انتشار گاز حاصل از تخریب عامل فوم‌زا تاثیر معنی‌داری بر چگالی پانل‌های ساخته شده، داشته است (معنی‌داری در سطح اطمینان ۰/۹۹). به طوری که با افزایش میزان ACA و MCC علاوه بر میزان گاز حاصل از تخریب عامل فوم‌زا، عامل هسته‌زا منجر به افزایش تعداد حفرات از طریق فرآیند هسته‌زایی (افزایش تخلخل) شده است. در نتیجه چگالی پانل کاهش یافته است (جدول ۳). همچنین میزان جذب آب و به تبع آن واکنش‌پذیری ضخامت نیز به دلیل افزایش تعداد حفرات و افزایش تخلخل در نمونه‌ها افزایش یافته است. جدول ۴ نتایج تجزیه واریانس ANOVA اثر مقدار میکروکریستالین سلولز و آزودی‌کربن‌آمید بر ویژگی‌های مکانیکی و فیزیکی نمونه‌های ساخته شده را نشان می‌دهد. نتایج این جدول نشان می‌دهد که ACA و MCC بر تمام ویژگی‌های بررسی شده در این تحقیق در سطح اطمینان ۹۹ درصد اثر معنی‌دار داشته است.

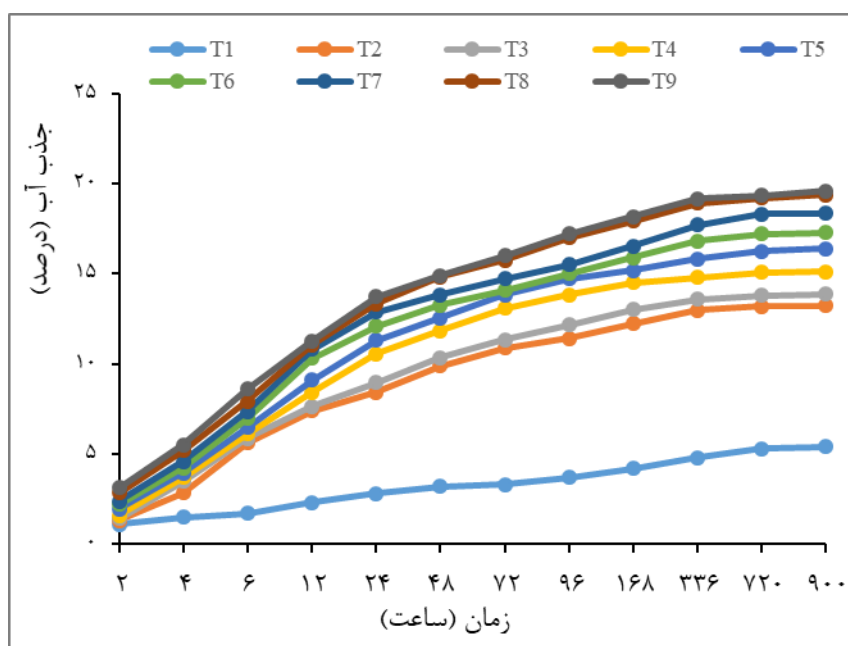
جدول ۳- نتایج ویژگی‌های فیزیکی پانل فوم ساخته شده

نمونه	چگالی ( $\text{g/cm}^3$ )	جذب آب (%) (پس از ۷۲۰ ساعت)	واکنش‌پذیری ضخامت (%) (پس از ۷۲۰ ساعت)
۱	۱/۲۲	۵/۵۰	۴/۰۰
۲	۱/۰۱	۱۳/۲۰	۴/۵۰
۳	۰/۸۹	۱۴/۵۲	۴/۸۰
۴	۰/۸۱	۱۵/۰۷	۵/۰۱
۵	۰/۷۳	۱۶/۵۶	۵/۶۰
۶	۰/۶۹	۱۸/۵۹	۵/۸۰
۷	۰/۶۳	۱۹/۸۰	۷/۰۰
۸	۰/۵۹	۲۱/۰۰	۷/۴۰

جدول ۴- نتایج تجزیه واریانس اثر مقدار میکروکریستالین سلولز و آزودی کربن آمید بر ویژگی‌های مکانیکی و فیزیکی

آزمون عامل متغیر	چگالی (g/cm <sup>3</sup> )	واکسیدگی ضخامت (%)	جذب آب (%)	مقاومت کششی (مگاپاسکال)	مقاومت خمشی (مگاپاسکال)	مقاومت به ضربه (J/m)
مقدار MCC	۰/۰۰۶۷**	۰/۰۰۴۵**	۰/۰۰۵۷**	۰/۰۰۰۵**	۰/۰۰۰۱**	۰/۰۰۰۲**
مقدار ACA	۰/۰۰۰*	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**
اثر متقابل دو متغیر	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**	۰/۰۰۰**

\*\*-معنی داری در سطح ۱٪



شکل ۳- جذب آب پانل‌های ساخته شده

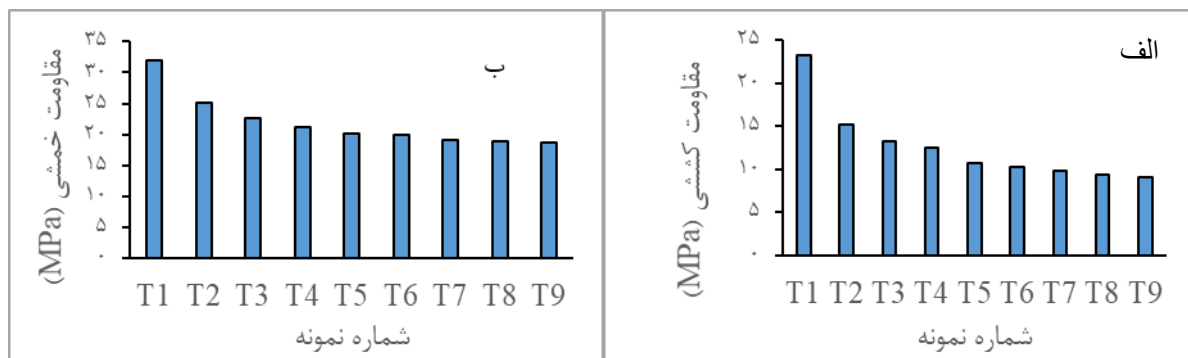
### ویژگی‌های مکانیکی

مقدار بیش از آن به دلیل تولید گاز بیشتر منجر به فرار گاز و ایجاد فشار در ماتریس پلیمری و تخریب دیواره سلول‌ها شده و ساختار فوم را تخریب می‌کند اما در این تحقیق با میزان ۳ درصد ACA نیز مشکلی در تشکیل سلول‌ها و تخریب دیواره آنها مشاهده نشد. دلیل این امر را می‌توان به کیفیت ACA و یا دمای تخریب ACA و همچنین فرآیند تهیه فوم در این تحقیق (انجام سیکل پرس، تا فشار گاز ایجاد شده منجر به تخریب سلول‌ها نشود) دانست. همچنین کاهش مقاومت خمشی را می‌توان به دلیل نقاط ضعیف اتصال در دیواره سلول‌های تشکیل شده دانست که ناشی از خاصیت آب‌دوستی میکروکریستالین سلولز و آگریزی PLA است. افزودن میکروکریستالین سلولز مقاومت خمشی را کاهش داده است. هرچند با افزایش میزان میکروکریستالین سلولز،

جدول مقاومت‌های مکانیکی شامل مقاومت کششی، مقاومت خمشی در شکل ۴ ارائه شده است. هر دو عامل مورد بررسی (مقدار ACA و مقدار MCC) دارای اثر معنی‌دار بر متغیرهای وابسته مکانیکی مورد بررسی در این تحقیق بودند. مقاومت خمشی نمونه بدون تخلخل ۳۲ مگاپاسکال اندازه گیری شد. با افزودن ۱ درصد ACA، با شکل‌گیری حفرات ناشی از تشکیل گاز حاصل از تخریب ACA، ساختار متخلخل پانل تشکیل می‌شود و مقاومت خمشی به مقدار ۲۰ درصد کاهش یافته است و به ۲۵/۰۶ مگاپاسکال رسیده است. با افزایش مقدار ACA نیز مقدار گاز حاصل از تخریب آن نیز افزایش می‌یابد. Ge و همکاران [۱۶] گزارش داده‌اند که مقدار ۱ درصد ACA به عنوان مقدار بحرانی برای استفاده در تولید فوم می‌باشد و

تنها ۱ درصد وزنی آزودی‌کربن امید مشهود بوده و به مقدار ۱۵/۲۱ مگاپاسکال رسیده است. در تحقیق Kord (۲۰۱۳) مقاومت کششی متاثر از هسته‌زایی همگن حباب‌های گاز عنوان شده است. در واقع در زمانی که حباب‌های گازی شروع به ایجاد حفره در در ماتریس پلیمری می‌کنند، پیوند بین ماتریس پلیمری و افزودنی‌ها ضعیف شده و در نهایت مقاومت‌های مکانیکی کاهش پیدا کرده‌اند. بنابراین مقاومت کششی پانل‌های فوم ساخته شده به مقدار استفاده از عامل فوم‌زا و عامل هسته‌زا بستگی دارد. با افزایش مقدار این دو عامل، تخلخل در پانل افزایش یافته و منجر به ایجاد نقاط تنش بیشتر در پانل ساخته شده می‌شود.

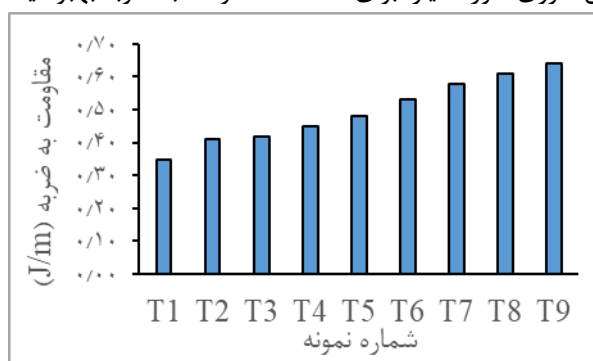
نقاط هسته‌زایی و به تبع آن حجم تخلخل افزایش یافته است اما اختلاط PLA و میکروکریستالین سلولز نیز از کاهش بیشتر مقاومت‌ها جلوگیری کرده است. PLA ذاتا پلیمری شکننده می‌باشد و افزودن موادی نظیر الیاف سلولزی باعث بهبود ویژگی‌های مکانیکی آن می‌شود [۷] اما با ایجاد فوم و شکل‌گیری حفرات در آن مقاومت خمشی کاهش می‌یابد که در این تحقیق نیز این فرضیه تایید شد. حفرات، به عنوان نقاط تمرکز تنش شناخته می‌شوند. با اعمال نیرو بر نمونه، ترک‌های ریز در نمونه شکل می‌گیرد در نهایت شکست در نمونه اتفاق می‌افتد. مقاومت کششی نمونه شاهد که در آن از عامل فوم‌زا و عامل هسته‌زا استفاده نشده بود به میزان ۲۳/۲۵ مگاپاسکال اندازه‌گیری شد. افت مقاومت کششی با افزودن



شکل ۴- نمودار مقاومت‌های الف) کششی و ب) خمشی نمونه پانل‌های فوم ساخته شده

انتشار ترک در نمونه شده است. دوم، وجود دیواره‌های سلولی انعطاف‌پذیر در طی ساخت نمونه که انرژی وارد شده را در خود جذب می‌کنند. مقدار تغییر مقاومت به ضربه به ترکیبات فوم و ساختار سلول تشکیل شده بستگی دارد. با کوچکتر شدن اندازه سلول‌ها، که ناشی از افزایش مقدار ACA و میکروکریستالین سلولز می‌باشد، مقاومت به ضربه بهبود یافته است.

شکل ۵، مقادیر مقاومت به ضربه نمونه‌های ساخته شده را نشان می‌دهد. همانطور که از این نمودار مشخص است، با افزایش تخلخل، مقاومت به ضربه با افزایش مقدار ACA و میکروکریستالین سلولز افزایش یافته است. دلیل این امر را می‌توان به دو عامل نسبت داد. اول، بیشتر شدن تعداد حفرات در نمونه‌ها (از نمونه ۱ تا نمونه ۹) که منجر به کاهش انتشار ترک و افزایش انرژی مورد نیاز برای



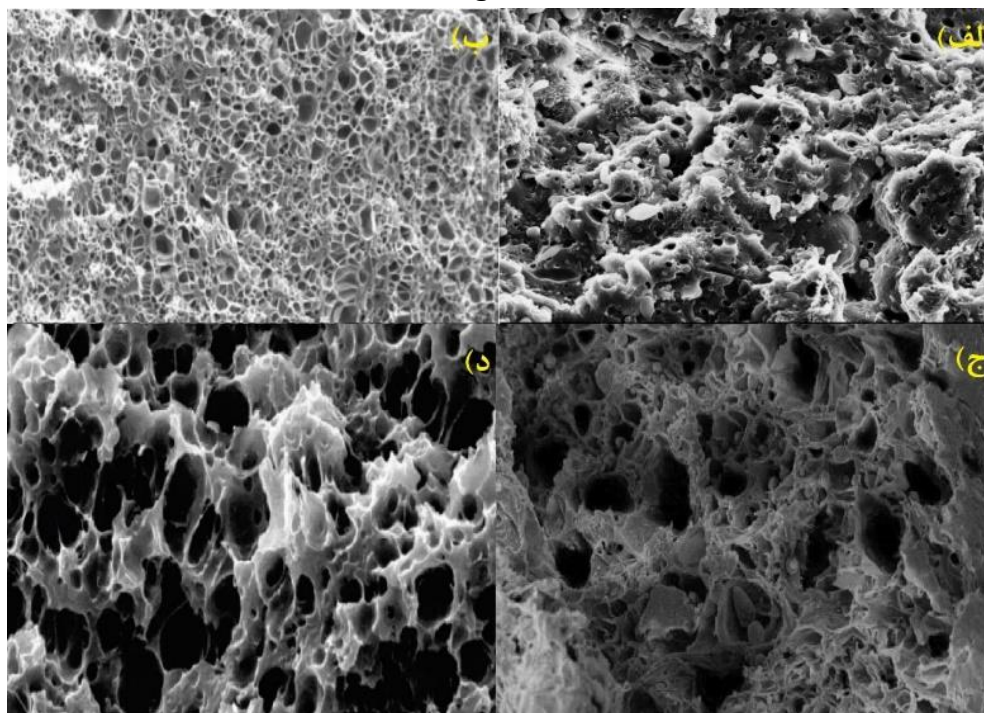
شکل ۵- نمودار مقاومت‌های به ضربه نمونه پانل‌های فوم ساخته شده



فوم ساخته شده با ۲ درصد ACA و ۴ درصد MCC را نشان میدهد. همچنین با افزایش مقدار ACA از ۱ به ۳ درصد، انتشار گازهای حفره‌زا افزایش یافته و تخلخل را افزایش داده است؛ به طوری که به نظر می‌رسد احتمالاً این مقدار به عنوان مقدار بحرانی میزان استفاده از عامل فوم-زاعا می‌باشد (تصویر ۶-د).

### تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های ساخته شده در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود، ساختار متخلخل فوم با حضور ۱ درصد ACA (تصویر ۶-الف) تشکیل شده است. افزودن ۲ درصد MCC منجر به تشکیل نقاط هسته‌زا در فوم شده و تعداد حفرات را افزایش داده است (تصویر ۶-ب). تصویر ۶-ج



شکل ۶- تصاویر SEM، الف) فوم با ۱ درصد ACA، ب) فوم با ۱ درصد ACA و ۲ درصد MCC، ج) فوم با ۲ درصد ACA و ۴ درصد MCC، د) فوم با ۳ درصد ACA و ۴ درصد MCC

افزایش تعداد حفرات و افزایش تخلخل در نمونه‌ها افزایش یافته است. افزایش مقدار میکروکریستالین سلولز جذب آب را در پانل افزایش داده است این امر میتواند به دلیل وجود گروه های آبدوست در ساختار میکروکریستالین سلولز باشد. با افزودن ۱ درصد ACA، مقاومت خمشی به مقدار ۲۰ درصد کاهش یافته است و به ۲۵/۰۶ مگاپاسکال رسیده است. افزودن میکروکریستالین سلولز مقاومت خمشی را کاهش داده است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های ساخته شده نیز نشان داد با افزایش مقدار ACA، تخلخل داخل بافت فوم را افزایش داده است. به طور کلی نتایج این تحقیق نشان داد که خاصیت هسته‌زایی آن در کنترل رشد سلولی و کاهش قطر حفرات موثر بوده و می‌توان از آن برای تولید فوم میکروسلولی با کیفیت قابل قبول استفاده نمود.

### نتیجه‌گیری

نتایج نشان داد تخریب مقدار بیشتر ACA موجب افزایش انتشار میزان گاز می‌شود، به تبع آن جریان این گازها در داخل ماتریس پلیمری منجر به رشد سلول‌های نامنظم پانل می‌شود. با افزایش درصد ACA نرخ انبساط و کسر تو خالی افزایش پیدا کرده است. مقایسه کسر تو خالی کامپوزیت آردچوب و PLA همراه با سایر نمونه‌ها نشان می‌دهد که افزایش درصد وزنی ACA و همچنین افزودن درصد وزنی MCC منجر به افزایش کسر تو خالی شده است. با افزایش میزان ACA و MCC، میزان گاز و عامل هسته‌زا افزایش می‌یابد که در نهایت موجب به افزایش تعداد حفرات و افزایش تخلخل می‌شود. میزان جذب آب و به تبع آن واکنشیدگی ضخامت نیز به دلیل

- [1] Hamad, K., Kaseem, M., Yang, H., Deri, F. and Ko, Y., 2015. Properties and medical applications of polylactic acid: A review. *Express polymer letters* 9(5).
- [2] Chen, Y., Geever, L.M., Killion, J.A., Lyons, J.G., Higginbotham, C.L. and Devine, D.M., 2016. Review of multifarious applications of poly (lactic acid). *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 55(10):1057-1075.
- [3] Teixeira, E.d.M., De Campos, A., Marconcini, J., Bondancia, T., Wood, D., Klamczynski, A., Mattoso, L. and Glenn, G., 2014. Starch/fiber/poly (lactic acid) foam and compressed foam composites. *RSC Advances* 4(13):6616-6623.
- [4] Parker, K., Garancher, J.-P., Shah., S. and Fernyhough. A., 2011. Expanded polylactic acid-an eco-friendly alternative to polystyrene foam. *Journal of Cellular Plastics* 47(3):233-243.
- [5] Nofar, M., and Park, C.B., 2014. Poly (lactic acid) foaming. *Progress in Polymer Science* 39(10):1721-1741.
- [6] Ren, Q., Wu, M., Wang, L., Zheng, W., Hikima, Y., Semba, T., and Ohshima, M., 2022. Cellulose nanofiber reinforced poly (lactic acid) with enhanced rheology, crystallization and foaming ability. *Carbohydrate Polymers* 286:119320.
- [7] Ding, W., Kuboki, T., Wong, A., Park, C.B. and Sain, M., 2015. Rheology, thermal properties, and foaming behavior of high d-content polylactic acid/cellulose nanofiber composites. *RSC advances* 5(111):91544-91557.
- [8] Reglero Ruiz, J.A., Vincent, M., Agassant, J.F., Sadik, T., Pillon, C. and Carrot, C., 2015. Polymer foaming with chemical blowing agents: Experiment and modeling. *Polymer Engineering & Science* 55(9):2018-2029.
- [9] Coste, G., Negrell, C. and Caillol, S., 2020. From gas release to foam synthesis, the second breath of blowing agents. *European Polymer Journal* 140:110029.
- [10] Motloun, M.P., Ojijo, V., Bandyopadhyay, J. and Ray, S.S., 2019. Cellulose nanostructure-based biodegradable nanocomposite foams: a brief overview on the recent advancements and perspectives. *Polymers* 11(8):1270.
- [11] Dahmardeh Ghalehno, M. and Kord, B., 2021. Preparation, characterization and performance evaluation of wood flour/HDPE foamed composites reinforced with graphene nanoplatelets. *Journal of Composite Materials* 55(4):531-540.
- [12] Kord, B. 2012. Preparation and characterization of lignocellulosic material filled polyethylene composite foams. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 25(8):917-926.
- [13] Hassan, N.A.A., Ahmad, S., Chen, R.S. and Shahdan, D., 2020. Cells analyses, mechanical and thermal stability of extruded polylactic acid/kenaf bio-composite foams. *Construction and Building Materials* 240:117884.
- [14] Gwon, J.G., Lee, S.Y., Kang, H. and Kim, J.H., 2012. Effects of sizes and contents of exothermic foaming agent on physical properties of injection foamed wood fiber/HDPE composites. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing* 13:1003-1007.
- [15] Zong, Q., Xu, A., Chai, X., Zhang, Y. and Song, Y., 2020. Increased expansion ratio, cell density, and compression strength of microcellular poly (lactic acid) foams via lignin graft poly (lactic acid) as a biobased nucleating agent. *Polymers for Advanced Technologies* 31(10):2239-2249.
- [16] Ge, Z., Qi, D. Si. and M. Yu., 2018. The effects of processing parameters and ac foaming agent on the mechanical properties and morphology of foamed wood-poly(lactic acid) (PLA) composites. *BioResources* 13(1):1605-1618.

## Investigation of the physical, mechanical and morphological properties of the foam obtained from polylactic acid and microcrystalline cellulose

### Abstract

Foams made with polylactic acid, a natural polymer, have been introduced as a substitute for petroleum-based foams. However, the use of these foams has limitations in both their physical and mechanical properties. Natural nucleating agents such as cellulose derivatives can be used to enhance the quality of polylactic acid foams. The effects of microcrystalline cellulose as a nucleating agent on the production of polylactic acid/wood flour foam with azodicarbonamide foaming agent were explored. The results demonstrated that increasing the foaming agent content up to 3% and the nucleating agent content up to 4% resulted in a 45.52% reduction in the density of the foam panels. The decrease in density accompanied an increase in porosity, expansion rate, water absorption, and thickness swelling throughout all treatment levels (1-3% foaming agent and 1-4% nucleating agent). This decrease in density led to a reduction in tensile and flexural strength and an increase in impact resistance. Morphological changes of the produced foams were also validated by scanning electron microscopy (SEM) images.

**Keywords:** Biodegradable foam, Poly-lactic acid, Microcellular foam, Mechanical properties, Water absorption.

**M. Poodineh<sup>1</sup>**  
**B. Nosrati Sheshkal<sup>2\*</sup>**  
**M. Dahmardeh Ghalehno<sup>3</sup>**  
**S. R. Farrokh Payam<sup>4</sup>**

<sup>1</sup> Ph. D Student, Department of Wood and Paper Science and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Zabol, Zabol, Iran

<sup>2</sup> Associate professor, Department of Wood and Paper Science and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Zabol, Zabol, Iran

<sup>3</sup> Assistant professor, Department of Wood and Paper Science and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Zabol, Zabol, Iran

<sup>4</sup> Associate professor, Department of Wood and Paper Science and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Zabol, Zabol, Iran

Corresponding author:  
[nosrati.babak@uoz.ac.ir](mailto:nosrati.babak@uoz.ac.ir)

Received: 2023/05/29  
Accepted: 2023/12/01