



دانشگاه گوارش و علوم پزشکی گوارش

نشریه پژوهش‌های علوم و فناوری چوب و جنگل
جلد بیست و هشتم، شماره سوم، ۱۴۰۰
۱۱۱-۱۲۹

<http://jwfst.gau.ac.ir>

DOI: 10.22069/JWFST.2021.19360.1937

مقاله کامل علمی - پژوهشی

اثر پیش‌تیمار لیگنین‌زدایی بر ویژگی‌های مکانیکی چوب صنوبر فشرده

سید محمدحسین یحیایی^۱، فروغ دستوریان^{۲*}، مریم قربانی^۳ و سید مجید ذبیح‌زاده^۳

^۱ دانشجوی کارشناسی‌ارشد گروه مهندسی چوب و فرآورده‌های سلولزی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ساری، ایران،

^۲ استادیار گروه مهندسی چوب و فرآورده‌های سلولزی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ساری، ایران،

^۳ دانشیار گروه مهندسی چوب و فرآورده‌های سلولزی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ساری، ایران

تاریخ دریافت: ۱۴۰۰/۰۵/۲۳؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۷/۲۵

چکیده

سابقه و هدف: در پژوهش حاضر از روش اصلاحی تلفیق اشباع و فشرده‌سازی برای بهبود ویژگی‌های مکانیکی چوب تندرشد صنوبر با هدف توسعه کاربرد آن در مصارف سازه‌ای و نیمه سازه‌ای استفاده شد. پژوهش‌های اخیر نشان داد که خروج بخشی از لیگنین پیش از فشرده‌سازی موجب افزایش تراکم‌پذیری و تشکیل پیوندهای هیدروژنی حین فشرده‌سازی و بهبود قابل‌ملاحظه ویژگی‌های مکانیکی می‌گردد.

مواد و روش‌ها: قطعات چوب صنوبر با حلال آلی گلیسرول لیگنین‌زدایی شدند. یک سطح از نمونه‌های لیگنین‌زدایی شده، پس از شستشو فشرده شدند و سطح دیگر پس از شستشو با محلول گلیسرول-مالئیک‌انیدرید، اشباع سطحی شده و سپس فشرده شدند تا حین پرس، پلیمر شدن گلیسرول-مالئیک‌انیدرید بین الیاف سلولزی سبب بهبود مضاعف مقاومت چوب فشرده گردد. در سطح دیگر، به‌منظور مقایسه روش لیگنین‌زدایی و اشباع، با تیمار گرمایی، قطعات پیش از فشرده‌سازی تحت تیمار آب‌گرمایی در شرایط دما و فشار مشابه شرایط لیگنین‌زدایی، قرار گرفته و سپس فشرده شدند. میزان فشرده‌گی در هر سه سطح ۸۰ درصد در نظر گرفته شد. به‌منظور بررسی تغییرات ریزساختاری چوب در سطوح شاهد و اصلاح‌شده، تصاویر میکروسکوپ الکترونی تهیه گردید. همچنین به‌منظور بررسی اثر سطوح مختلف اصلاح بر خواص مکانیکی، آزمون‌های فشار و کشش موازی الیاف، خمش استاتیک، سختی و ضربه انجام شد.

یافته‌ها: میزان خروج لیگنین در نمونه‌های لیگنین‌زدایی شده ۵۵ درصد بود و پس از اشباع، ۷/۵ درصد افزایش وزن داشت. تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده نشان‌دهنده بسته شدن حفرات سلولی و پر شدن آن‌ها با ماده دیواره سلولی بود که به دلیل افزایش شکندگی دیواره سلولی، ترک‌هایی حین فشرده‌سازی ایجاد گردید. در نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده‌شده حفرات زیادی در هر دو مقطع عرضی و مماسی مشاهده شد که احتمالاً به دلیل

* مسئول مکاتبه: f.dastoorian@sanru.ac.ir

بازگشت فشرده‌گی پس از پرس می‌باشد. در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده، حفرات با پلی‌استر حاصل از واکنش گلیسرول-مالئیک‌انیدرید پر شدند. مقاومت کششی نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده به دلیل برقراری پیوند هیدروژنی بین واحدهای سلولزی، بیش‌تر از نمونه آب‌گرمایی-فشرده بود و اشباع با ترکیب گلیسرول-مالئیک‌انیدرید به دلیل برقراری پیوند استری بین واحدهای سلولزی، به افزایش بیش‌تر مقاومت کششی منجر گردید. بیش‌ترین مقدار مدول کششی و فشاری مربوط به نمونه آب‌گرمایی-فشرده شده بود که به واکنش‌های تراکمی لیگنین و افزایش بلورینگی سلولز متعاقب اصلاح گرمایی نسبت داده شد. در نمونه‌های اشباع-فشرده به دلیل پر شدن تخلخل و برقراری پیوندهای قوی استری، مدول کششی و فشاری بیش‌تر از نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده بود. مقاومت خمشی در نمونه اشباع-فشرده به دلیل تشکیل پلی‌استر در سطح به میزان قابل‌ملاحظه‌ای بهبود یافت. بیش‌ترین مدول سختی مربوط به نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده بود. بیش‌ترین مقاومت به ضربه مربوط به نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده بود و اشباع با ترکیب گلیسرول-مالئیک‌انیدرید موجب کاهش مقاومت به ضربه شد که البته بیش‌تر از نمونه آب‌گرمایی-فشرده و نمونه شاهد بود

نتیجه‌گیری: نتایج آزمون‌های مکانیکی حاکی از کارآمدی تلفیق لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده‌سازی بر بهبود مقاومت ویژه کششی، فشاری و سختی در مقایسه با شاهد بود. مقاومت ویژه ضربه نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده بیش‌تر از نمونه شاهد و در دو سطح دیگر کم‌تر از نمونه شاهد بود که به افزایش تغییرشکل پذیری دیواره سلولی نسبت داده شد. مقاومت ویژه خمشی، برخلاف مقاومت خمشی، در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده نیز کم‌تر از نمونه شاهد بود که علت را می‌توان به متأثر بودن مقاومت خمشی از مقاومت سطح نمونه نسبت داد؛ فشرده‌سازی در حجم نمونه، فقط در سطح، به مقدار زیاد (۸۰ درصد) انجام شده است، بنابراین علی‌رغم بیش‌تر بودن مقاومت خمشی، نسبت مقاومت ویژه خمشی کاهش یافت

واژه‌های کلیدی: اصلاح چوب، لیگنین‌زدایی، مقاومت ویژه

مقدمه

چوب یکی از قدیمی‌ترین مصالح ساختمانی است که در طول تاریخ توسط بشر استفاده شده است (۱۶) و در حال حاضر، بعد از بتن، پرکاربردترین مصالح مهندسی، بر مبنای حجم، به‌شمار می‌رود (۲۸). چوب علی‌رغم مزایایی مانند طبیعی بودن، تجدیدپذیری، کاربرد آسان و مقاومت قابل‌قبول (۱۰) دارای معایبی هم‌چون امکان تخریب زیستی، قابلیت جذب و دفع رطوبت و عدم ثبات ابعادی نیز می‌باشد (۲۸). با رشد روزافزون جمعیت و فشارهای ناشی از برداشت وسیع چوب، سطح جنگل‌های طبیعی

به‌شدت کاهش یافته است (۲۰). گونه‌های تندرشد مانند صنوبر، اکالیپتوس و آکاسیا به دلیل دوره رشد کوتاه با نرخ رشد ۵ الی ۴۰ مترمکعب بر هکتار در سال (۷) جایگزین مناسبی برای گونه‌های کندرشد بوده و استفاده از این گونه‌ها در صنایع خمیر و کاغذ، تولید انواع تخته خرده چوب (۳) و به‌عنوان مصالح ساختمانی در حال افزایش است (۱). دانسیته پایین و ویژگی‌های نامطلوب مانند سختی کم و دوام پایین نسبت به عوامل مخرب، کاربرد گونه‌های تندرشد در مصارف سازه‌ای را با مشکل مواجه نموده است (۳۸). جهت فائق آمدن بر معایب گونه‌های تندرشد مانند

می‌رسد (۳۵). در ادامه پژوهش‌ها، پژوهشگران پیشنهاد کردند می‌توان با حذف کامل لیگنین و متعاقباً اشباع با رزین اپوکسی، کامپوزیتی تولید کرد که به دلیل حفظ ساختار الیاف مشابه چوب واقعی، از مقاومت‌های مکانیکی قابل‌ملاحظه‌ای برخوردار است و فاقد مشکل جذب رطوبت چوب لیگنین‌زدایی شده می‌باشد (۲۲).

فرآیندهای لیگنین‌زدایی متداول (با مواد شیمیایی) مقدار زیادی لیکور سیاه تولید می‌کنند که به‌ویژه در صورت داشتن ترکیبات گوگردی، آلاینده محیط‌زیست است؛ بنابراین توجه زیادی به استفاده از حلال‌های آلی قابل‌بازیافت مانند الکل‌ها جهت لیگنین‌زدایی معطوف گشته است (۲۱) که علی‌رغم مزایای زیست‌محیطی، موجب حفظ کربوهیدرات‌ها، به‌ویژه همی‌سلولز، حین لیگنین‌زدایی می‌شوند. گلیسرول نیز یک الکل با سه گروه عاملی است که از قابلیت لیگنین‌زدایی برخوردار است. گلیسرول با نقطه جوش بالا فرآورده جانبی سوخت‌های زیستی است که تولید و کاربرد آن در جهان رو به رشد است (۲۹). تا قبل از سال ۲۰۰۴ کاربرد گلیسرول محدود به صنایع دارویی، آرایشی و بهداشتی و صنایع غذایی بود (۳۷). با تولید سوخت‌های زیستی در سال ۲۰۰۴ و توسعه روزافزون آن، تأمین گلیسرول در مقیاس جهانی به مقدار بیش از تقاضا رسید و این امر سبب کاهش روزافزون قیمت این فرآورده جانبی گردید (۱۱).

لیگنین‌زدایی چوب و ضایعات کشاورزی با گلیسرول توسط برخی پژوهشگران مورد بررسی قرار گرفته است (۳۰). بهترین نتایج تیمار لیگنین‌زدایی با گلیسرول در حضور کاتالیزور هیدروکسیدسدیم و اعمال دما تا ۱۳۰ درجه سانتی‌گراد و پخت به مدت ۹ ساعت بوده که منجر به حذف لیگنین تا ۹۴ درصد گردید. (۹).

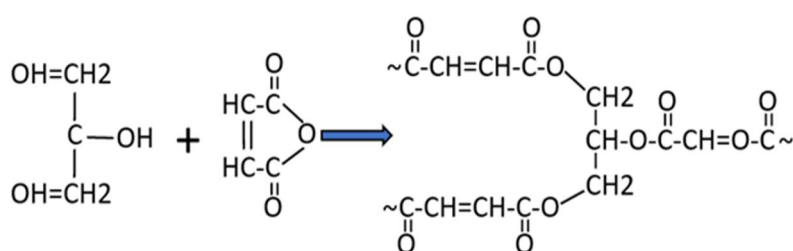
صنوبر، می‌توان از روش‌های اصلاحی از جمله فشرده‌سازی (۲۳، ۴۰)، اشباع منافذ چوب با مونومرها (۳۴) و تلفیق فشرده‌سازی-اشباع (۲) استفاده کرد.

در فرآیند فشرده‌سازی چوب، مهم‌ترین مشکل، بازگشت فشردگی است که عمدتاً ناشی از انرژی الاستیک ذخیره‌شده در بخش‌های بلوری و نیمه‌بلوری سلولز است (۲۴) و سبب ایجاد محدودیت‌هایی در کاربرد چوب‌های فشرده می‌گردد (۱۵). تلفیق تیمار گرمایی با فشرده‌سازی به‌طور مؤثر باعث بهبود ثبات ابعاد چوب فشرده می‌شود (۱۲، ۳۳) و هم‌چنین افزایش مقاومت به پوسیدگی (۱۸) کاهش جذب و دفع رطوبت (۳۹) را به همراه دارد. البته اصلاح گرمایی به دلیل تخریب اجزای ساختاری چوب و ایجاد ترک به افت مقاومت و افت جرم در چوب تیمار شده می‌انجامد (۲۶، ۸). هم‌چنین تلفیق فشرده‌سازی و اشباع با رزین‌ها نیز علی‌رغم تأثیر مثبت بر بازگشت فشردگی، به دلیل گیرایی بخشی از رزین پیش از فشردگی و شکست آن حین فشردگی به افت مقاومت می‌انجامد (۱۹).

در طی چند سال اخیر، پژوهش‌هایی مبنی بر تأثیر چشمگیر خروج لیگنین پیش از فشرده‌سازی بر تثبیت فشردگی و بهبود قابل‌ملاحظه مقاومت چوب فشرده گزارش شده است (۱۳). پیوندهای کولانسی بین کربوهیدرات‌ها و لیگنین در دیواره سلولی که مسئول حافظه رئولوژیکی در دیواره سلولی هستند (۲۷) موجب بازگشت فشردگی به شکل اولیه می‌شوند؛ بنابراین خروج بخشی از لیگنین از لایه بین‌سلولی اجزای سازنده چوب، موجب لغزیدن الیاف حین فشردگی روی هم شده و به آزادسازی تنش می‌انجامد. هم‌چنین تخریب لیگنین موجب تشکیل پیوندهای هیدروژنی جدید در حالت فشرده می‌گردد و در نتیجه مقاومت ویژه چوب فشرده به مقداری بالاتر از مقاومت ویژه آلیاژهای فلزی ساختمانی

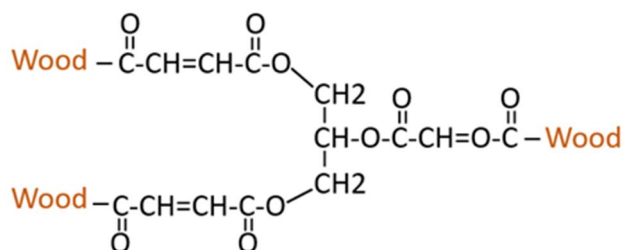
پلی‌استر تشکیل دهد. از طرف دیگر پیوندهای دوگانه موجود در مالئیک انیدرید (گروه‌های کربوکسیل) قابلیت برقراری پیوند استری با گروه‌های هیدروکسیل چوب را دارد. شمای واکنش گلیسرول با مالئیک‌انیدرید در شکل ۱ و شمای پیشنهادی واکنش گلیسرول- مالئیک‌انیدرید با چوب در شکل ۲ نشان داده شده است.

اشباع چوب با ترکیب گلیسرول-مالئیک‌انیدرید از جمله روش‌های دوستدار محیط‌زیست بوده که می‌تواند علاوه بر این‌که جایگزین مناسبی برای ترکیبات مخرب از جمله سموم و حشره‌کش‌ها باشد، باعث بهبود ثبات ابعاد و ویژگی‌های مکانیکی چوب شود (۳۱). مالئیک‌انیدرید به دلیل ساختار حلقوی از واکنش‌پذیری بالایی برخوردار است و می‌تواند با گروه‌های هیدروکسیل گلیسرول واکنش داده و



شکل ۱- شمای واکنش گلیسرول- مالئیک‌انیدرید (۳۲).

Figure 1. Reaction scheme of glycerol and maleic anhydride.



شکل ۲- شمای پیشنهادی واکنش چوب با ترکیب گلیسرول- مالئیک‌انیدرید.

Figure 2. Proposed reaction scheme of wood with glycerol-maleic anhydride combination.

بیانگر آن بود که با حذف لیگنین تا ۱۱/۳ درصد (سطح بهینه) مقاومت کششی تا بیش از ۱۰ برابر و مقاومت خمشی به میزان ۶۰۰ مگاپاسکال افزایش یافت. به‌طور کلی در مقایسه با سایر تیمارهای تلفیق شده با فشرده‌سازی مثل استفاده از رزین، پرس بخار داغ و بخار اشباع، تلفیق فشرده‌سازی با لیگنین‌زدایی سبب بهبود قابل‌توجه ویژگی‌های مکانیکی شد (۳۵).

سانگ و همکاران (۲۰۱۸) اثر لیگنین‌زدایی را بر ساختار و ویژگی‌های چوب فشرده‌شده بررسی کردند که طی آن قطعات چوب با ابعاد ۱۲۰×۴۴×۴۴ میلی‌متر در محلولی با ترکیب هیدروکسید سدیم و سولفیت سدیم به مدت ۷ ساعت غوطه‌ور و جوشانده شدند، به دنبال آن در آب دیونیزه در حال جوش چندین بار شستشو شدند. در مرحله بعد قطعات چوب تحت دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۵ مگاپاسکال به مدت ۲۴ ساعت فشرده شدند. بررسی‌ها

مواد و روش‌ها

مواد: الوار صنوبر (*Populus spp.*) از کارگاه چوب‌بری واقع در استان مازندران تهیه، پوست‌کنی شده و به مدت ۳۰ روز در دما ۲۵ درجه سانتی‌گراد و رطوبت ۶۵ درصد نگهداری شدند، سپس به قطعاتی به طول ۲۰۰ میلی‌متر و بعد مماسی ۴۰ میلی‌متر و بعد شعاعی ۱۵ میلی‌متر برش شده و در دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۷۲ ساعت خشک شدند. دانسیته خشک نمونه‌ها 0.4 g/cm^3 محاسبه شد. مواد شیمیایی مورد استفاده در این پژوهش شامل هیدروکسیدسدیم (شرکت دکتر مجلی، ایران)، گلیسرول ۹۹ درصد (شرکت دکتر مجلی، ایران) و مالئیک‌انیدرید با وزن مولکولی ۹۸/۰۶ گرم بر مول (شرکت مرک، آلمان) بود.

لیگنین‌زدایی: فرآیند لیگنین‌زدایی قطعات چوبی در محلولی با نسبت ۳۵۰ گرم گلیسرول، ۱۴۰ گرم آب و ۵۰ گرم هیدروکسیدسدیم به مدت ۴ ساعت در دمای ۱۷۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۷ بار در دیگ پخت انجام شد. سپس قطعات چوبی از دیگ پخت خارج شده و به‌منظور خروج لیکور به مدت یک ساعت با آب مقطر در حال جوش شستشو شدند تا رنگ قطعات چوبی روشن شود. به‌منظور محاسبه درصد لیگنین باقی‌مانده از روش لیگنین کلاسون (استاندارد TAPPI - T222 om-98) استفاده شد (۳۶).

تیمار آب‌گرمایی: پیش‌تیمار آب‌گرمایی قطعات چوبی نیز در آب مقطر و به‌منظور مقایسه با پیش‌تیمار لیگنین‌زدایی، در شرایط مشابه شرایط لیگنین‌زدایی (دمای ۱۷۰ درجه سانتی‌گراد، فشار ۲۰ بار، زمان ۴ ساعت) صورت پذیرفت. با توجه به حذف بخشی از مواد استخراجی، کربوهیدرات‌ها و بخشی از لیگنین در اثر تیمارهای لیگنین‌زدایی و آب‌گرمایی، میزان افت جرم (ML) پس از پیش‌تیمارهای لیگنین‌زدایی و آب‌گرمایی مطابق رابطه ۱ محاسبه شد که M_t جرم خشک پس از تیمار و M_0 جرم خشک اولیه می‌باشد.

فری و همکاران (۲۰۱۸) اثر پیش‌تیمار لیگنین‌زدایی و فشرده‌سازی بر ویژگی‌های مکانیکی چوب نوئل نروژی را بررسی کردند که طی آن نمونه‌های کاج در ابعاد $100 \times 20 \times 10$ میلی‌متر در محلول پراکسید هیدروژن و اسیداستیک با نسبت مساوی لیگنین‌زدایی شد و فشرده‌سازی تا ضخامت یک‌سوم انجام شد. نتایج نشان داد حذف کامل لیگنین از ساختار چوب باعث تسهیل فشرده‌سازی شد و ویژگی‌های مکانیکی از جمله مدول الاستیسیته و مقاومت کششی بهبود قابل‌ملاحظه‌ای یافت (۱۳).

فری و همکاران (۲۰۱۹) اقدام به تولید فرآورده سلولزی فشرده و چوب پلیمر لیگنین‌زدایی و فشرده شده نمودند که طی دو روش متفاوت نمونه‌هایی با ابعاد $100 \times 20 \times 10$ میلی‌متر ابتدا لیگنین‌زدایی شد و یک ساختار سبک سلولزی حاصل شد که از فشرده‌سازی آن DCM (Densified cellulose material) حاصل شد در روش دوم نمونه‌های لیگنین‌زدایی شده با رزین اپوکسی اشباع و سپس فشرده شدند و فرآورده (Delignified wood reinforced) DWRP (polymers) حاصل شد. بررسی‌ها نشان داد سختی و مقاومت در هر دو محصول بهبود قابل‌ملاحظه یافت که به پیوند قوی الیاف سلولزی و انتقال یکپارچه نیرو نسبت داده شد. امکان بازیافت و قالب‌گیری ساده در انواع شکل و ابعاد و جایگزینی مناسب برای مصالح غیرقابل بازیافت از جمله مزایای این روش برشمرده شد (۱۴).

در پژوهش حاضر اثر پیش‌تیمار لیگنین‌زدایی و فشرده‌سازی بر ویژگی‌های مکانیکی قطعات چوب تندرشد صنوبر مورد بررسی قرار گرفت. از حلال آلی گلیسرول برای لیگنین‌زدایی استفاده شد تا تخریب کم‌تر کربوهیدرات‌ها را به همراه داشته باشد و موجب بهبود مقاومت‌های مکانیکی گردد. هم‌چنین اثر اشباع با ترکیب گلیسرول-مالئیک‌انیدرید نیز در بهبود خواص مکانیکی بررسی شد.

تهیه شد (شکل ۳). قطعات لیگنین‌زدایی و اشباع‌شده در قالب فوق قرار داده شد و سپس قالب در پرس نیمه‌صنعتی در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۵۰ بار به مدت ۲۴ ساعت قرار گرفت، تا ضخامت نمونه‌ها از ۱۵ میلی‌متر به ۳ میلی‌متر (۸۰ درصد کاهش ضخامت) برسد (شکل ۴)، سپس قطعات فشرده پس از خروج از پرس به مدت ۲۴ ساعت در آون با دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد خشک شدند.

$$ML = \frac{M_o - M_t}{M_o} \times 100 \quad (1)$$

اشباع و فشرده‌سازی: گلیسرول و مالئیک‌انیدرید با نسبت وزنی ۱/۹:۱ در حمام آب با دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد ترکیب شدند تا مالئیک‌انیدرید کاملاً حل شود و نمونه‌ها بعد از فرآیند لیگنین‌زدایی و شستشو به مدت ۱۵ دقیقه در این ترکیب غوطه‌ور شدند. به‌منظور سهولت در فرآیند فشرده‌سازی یک قالب فلزی متناسب با ابعاد نمونه‌ها با جدار جانبی منفذدار

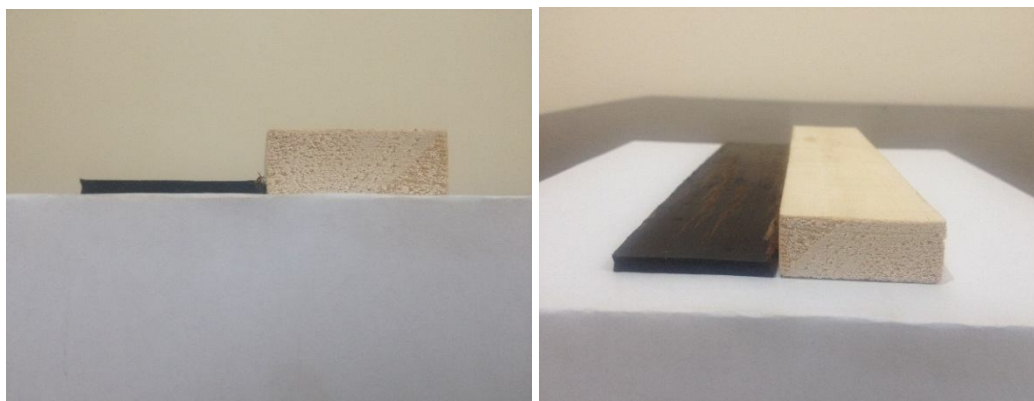


شکل ۳- قالب فولادی تهیه‌شده به‌منظور حفظ نمونه حین فشرده‌سازی.

Figure 3. The steel mold to retain the samples during densification.

$$WPG = \frac{M_1 - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2)$$

درصد افزایش وزن (WPG) ناشی از پلیمریزاسیون در نمونه‌های اشباع‌شده از رابطه ۲ محاسبه شد که M_0 وزن نمونه پیش از اشباع و M_1 وزن پس از اشباع می‌باشد.



شکل ۴- کاهش ضخامت در اثر فشرده‌سازی.

Figure 4. Thickness decrease as a result of densification.

اصلاح شده (به قطر ۴/۵ میلی متر) و حداکثر عمق نفوذ ۱/۱ میلی متر و با سرعت ۱/۳ میلی متر انجام شد و شیب منحنی نیرو- عمق نفوذ در ناحیه خطی به عنوان مدول سختی (Hardness Modulus) محاسبه گردید.

آزمون ضربه: آزمون مقاومت به ضربه مطابق استاندارد ASTM D256 و با استفاده از دستگاه آزمونگر ضربه دیجیتالی پاندولی SANTAM 11J ساخت ایران بر روی نمونه به ابعاد ۸۰×۱۰×۳ میلی متر انجام شد.

مقاومت ویژه: مقدار مقاومت ویژه برای تمامی ویژگی‌های مکانیکی از تقسیم آن ویژگی بر دانسیته نمونه‌ها به دست آمد.

تجزیه و تحلیل آماری: تجزیه و تحلیل آماری در قالب طرح کاملاً تصادفی و با استفاده از نرم افزار SPSS انجام شد. از آزمون تحلیل واریانس یک طرفه برای مقایسه میانگین‌ها و از گروه بندی دانکن در سطح معنی داری ۰/۰۵ استفاده شد. در جدول ۱ سطوح تیمار و کدهای معرف هر سطح آورده شده است. برای هر آزمون ۵ تکرار در نظر گرفته شد.

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM): به منظور بررسی تغییرات ریزساختاری چوب و مقایسه این تغییرات در سطوح شاهد و اصلاح شده از میکروسکوپ الکترونی SNE-4500M ساخت کشور کره استفاده شد.

آزمون کشش: نمونه‌هایی به ابعاد ۳×۱۱۵×۱۹ میلی متر طبق استاندارد ASTM-D638 تهیه و آزمون کشش به وسیله دستگاه SANTAM-STM-20 با سرعت ۵ میلی متر بر دقیقه انجام شد.

آزمون فشار موازی الیاف: نمونه‌ها به ابعاد ۳×۱۰×۱۰ میلی متر طبق استاندارد ASTM- D695 تهیه و آزمون مقاومت فشاری موازی الیاف به وسیله دستگاه SANTAM-STM-20 با سرعت بارگذاری ۱/۳ میلی متر بر دقیقه اعمال شد.

آزمون خمش: نمونه‌هایی به ابعاد ۳×۲۰×۱۳۰ میلی متر طبق استاندارد ASTM-D۷۹۰ تهیه و آزمون خمش به وسیله دستگاه SANTAM-STM-20 با سرعت بارگذاری ۱/۲ میلی متر بر دقیقه اعمال شد.

آزمون مدول سختی: به دلیل ضخامت کم نمونه‌ها (۳ میلی متر) آزمون مدول سختی مطابق استاندارد ASTM D1037 توسط دستگاه SANTAM با گوی

جدول ۱- سطوح تیمار و کدهای تعریف شده برای هر سطح.

Table 1. Treatment types and defined codes for each type.

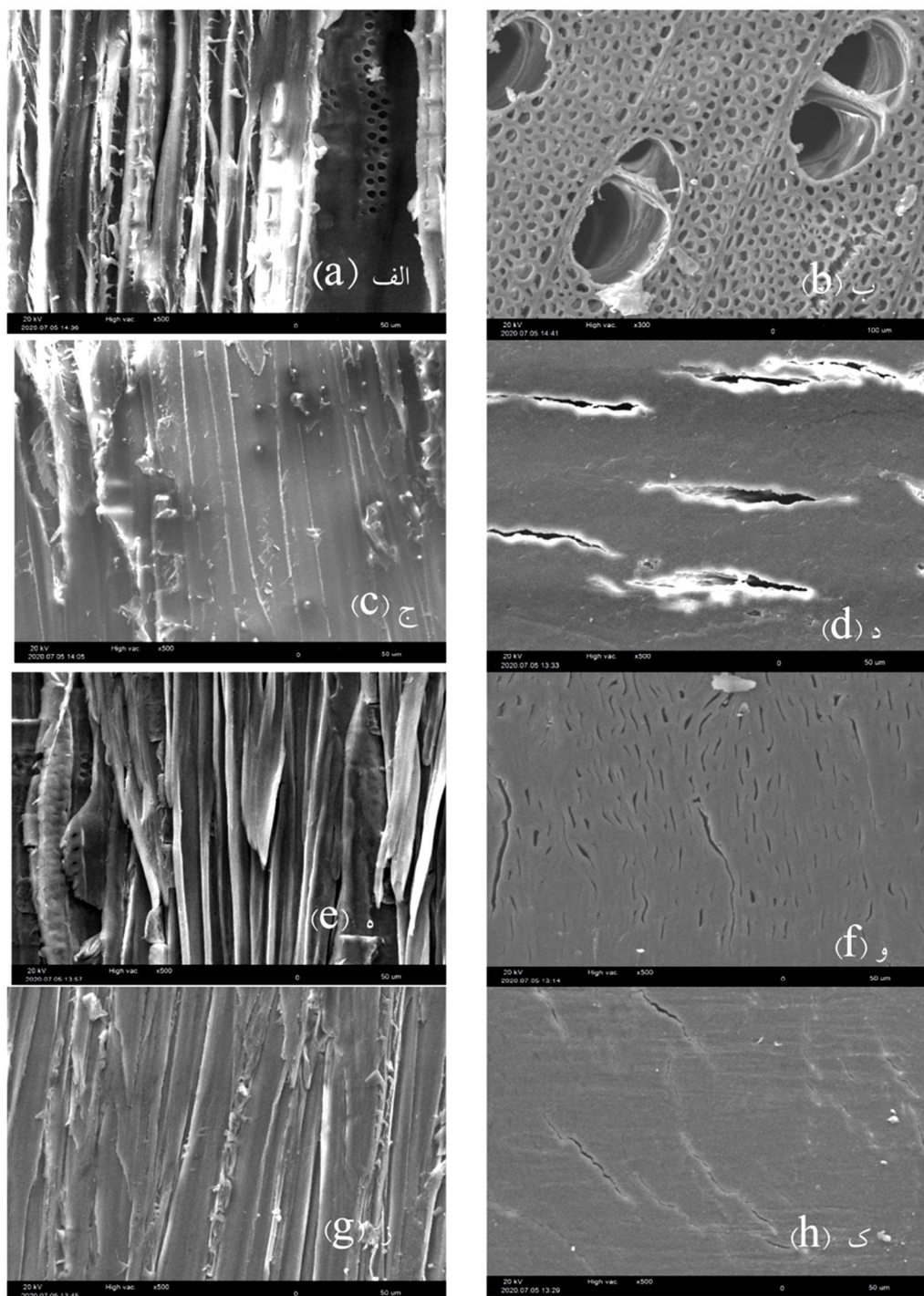
کد Code	سطح تیمار Treatment type	ردیف Row
Control	شاهد Control	1
HT/D	آب گرمایی-فشرده Hydrothermal treated-densified	2
Delig/D	لیگنین زدایی-فشرده Delignified-densified	3
Delig/I/D	لیگنین زدایی-اشباع-فشرده Delignified-impregnated-densified	4

نتایج و بحث

میزان افت جرم پس از لیگنین‌زدایی و تیمار آب‌گرمایی به ترتیب ۲۰ و ۳۰ درصد محاسبه گردید. با توجه به این‌که میزان لیگنین در نمونه شاهد ۲۴ درصد به دست آمد، میزان خروج لیگنین در نمونه‌های لیگنین‌زدایی شده نسبت به نمونه شاهد، ۵۵ درصد بود. درصد افزایش وزن (WPG) برای نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده ۷/۵ درصد محاسبه شد. دانسیته نمونه فشرده‌نشده صنوبر، ۴۱۰ کیلوگرم بر مترمکعب بود که در نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده، لیگنین‌زدایی-فشرده شده و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده شده به ترتیب ۱۱۵۰، ۱۲۲۰ و ۱۳۱۰ کیلوگرم بر مترمکعب رسید.

مطالعه ریزساختاری با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM): شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی مقاطع عرضی و مماسی نمونه شاهد، آب‌گرمایی-فشرده، نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده و نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده شده را نشان می‌دهد. شکل ۵-الف و ۵-ب که به ترتیب مربوط به مقطع مماسی و عرضی نمونه‌های شاهد می‌باشد، حفرات آوندی و حفره فیبرها را نشان می‌دهد که پس از فشرده‌گی در شکل ۵-ج و ۵-د در نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده این حفرات تا حد زیادی بسته شده‌اند؛ به‌ویژه در مقطع مماسی که هیچ اثری از حفره نمایان نیست و

حفرات با ماده دیواره سلولی کاملاً پر شدند (۲۵). هر چند در مقطع عرضی، ترک‌هایی قابل‌رؤیت است. تیمار آب‌گرمایی موجب تخریب اجزای سازنده دیواره سلولی (عمدتاً همی‌سلولز)، ایجاد فضای خالی در دیواره سلولی و قابلیت فشرده‌سازی بالا می‌شود (۱۷). در نتیجه حفرات فیبر و آوندی در اثر فشرده شدن کاملاً با ماده دیواره سلولی پر می‌شوند ولی حین فشرده شدن ترک‌هایی در دیواره سلولی پدیدار می‌شود که با افزایش میزان فشرده‌گی ترک‌ها توسعه می‌یابند. ظهور ترک در این نمونه‌ها را می‌توان به افزایش بلورینگی سلولز و افزایش برقراری پیوند عرضی بین واحدهای لیگنین در اثر اصلاح آب‌گرمایی (۵) نسبت داد که موجب افزایش شکنندگی دیواره سلولی حین فشرده‌سازی می‌شود. در شکل ۵-ه و ۵-و که مربوط به نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده‌شده است، مشاهده می‌شود که برخلاف انتظار، علی‌رغم خروج لیگنین و همی‌سلولز حفرات زیادی در هر دو مقطع عرضی و مماسی مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده بازگشت فشرده‌گی پس از پرس می‌باشد. در شکل ۵-ز و ۵-ک که مربوط به نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده است مشاهده می‌شود که اندک حفرات و فضای خالی باقی مانده تا حد بسیار زیادی با پلی‌استر حاصل از واکنش گلیسرول-مالئیک‌انیدرید پر شدند (۶).

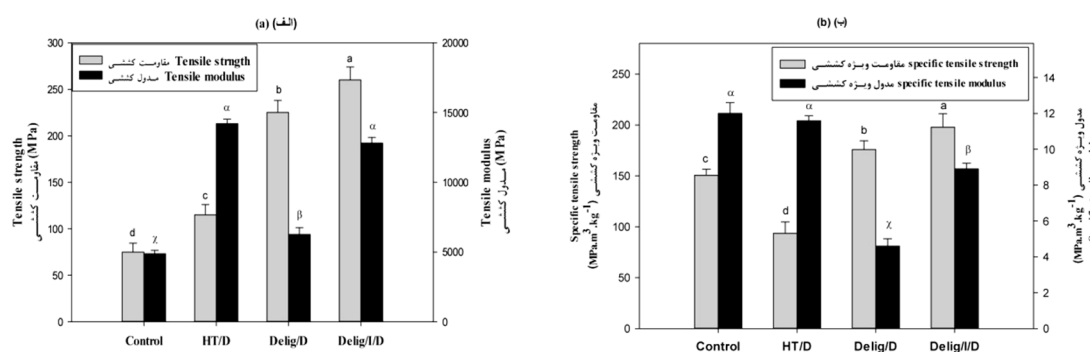


شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ الکترونی سطح مماسی (الف) و عرضی (ب) نمونه شاهد، سطح مماسی (ج) و عرضی (د) نمونه آب گرمایی-فشرده شده، سطح مماسی (ه) و عرضی (و) نمونه های لیگنین زدایی-فشرده شده و سطح مماسی (ز) و عرضی (ح) لیگنین زدایی-اشباع-فشرده شده.

Figure 5. Scanning electron microscopy of tangential section (a) and cross section (b) of control, tangential section of HT/D (c) and cross section of HT/D (d), tangential section of Delig/D (e) and cross section of Delig/D (f), tangential section of Delig/I/D (g) and cross section of Delig/I/D (h).

لیگنین از لایه بین سلولی می‌تواند سبب لغزیدن الیاف و تشکیل پیوند هیدروژنی در نمونه‌های لیگنین‌زدایی-فشرده و پیوندهای قوی استری حین فشرده‌سازی شود که به بهبود مقاومت ویژه کششی منجر می‌گردد. بیش‌ترین مقدار مدول کششی مربوط به نمونه آب‌گرمایی-فشرده شده بود که می‌توان علت را به واکنش‌های تراکمی لیگنین و برقراری اتصالات عرضی بین واحدهای لیگنین یا بین لیگنین و سلولز نسبت داد. هم‌چنین تخریب بخش آمورف سلولز و افزایش بلورینگی سلولز متعاقب اصلاح گرمایی می‌تواند سبب افزایش صلبیت دیواره سلولی و افزایش مدول گردد. خروج لیگنین که عامل اصلی سفتی دیواره سلولی است، تأثیر چندانی بر بهبود مدول کششی نداشت ولی در نمونه‌های اشباع-فشرده شده به‌دلیل پر شدن خلل و فرج و برقراری پیوندهای قوی استری، مدول کششی افزایش یافت و مشابه نمونه آب‌گرمایی-فشرده گردید.

آزمون کشش: مقادیر مقاومت و مدول کششی نمونه‌ها به همراه مقادیر انحراف معیار و گروه‌بندی دانکن در شکل ۶-الف و مقادیر مقاومت و مدول ویژه کششی در شکل ۶-ب نشان داده شده است. مقاومت کششی نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده، لیگنین‌زدایی-فشرده و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده به‌ترتیب افزایش ۹۰٪، ۲۶۸٪ و ۳۳۲٪ را در مقایسه با نمونه شاهد نشان داد. در نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده، فشردگی و افزایش دانسیته و برقراری پیوند هیدروژنی بین میکروفیبریل‌ها موجب افزایش مقاومت کششی شده است. اشباع با ترکیب گلیسرول-مالثیک-انیدرید به دلیل برقراری پیوند استری بین واحدهای سلولزی که قوی‌تر از پیوندهای هیدروژنی هستند، به افزایش بیش‌تر مقاومت کششی منجر گردید. مقاومت ویژه کششی در نمونه آب‌گرمایی-فشرده نسبت به نمونه شاهد ۳۸ درصد کاهش پیدا کرد ولی در نمونه‌های لیگنین‌زدایی-فشرده و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده به ترتیب ۶ و ۳۷ درصد افزایش یافت. خروج



شکل ۶- مقاومت و مدول کششی (الف) و مدول و مقاومت ویژه کششی (ب) نمونه‌های شاهد (Control)، آب گرمایی-فشرده (HT/D)، لیگنین‌زدایی-فشرده (Delig/D) و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده (Delig/I/D).

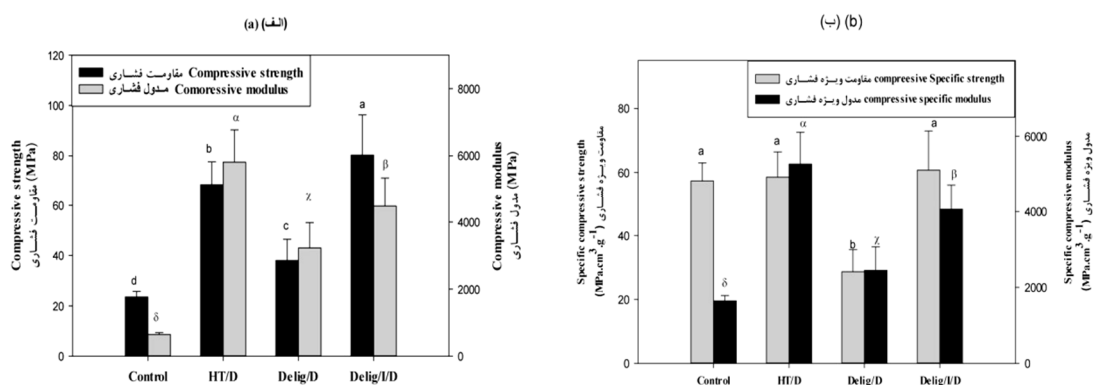
Figure 6. Tensile strength and modulus (a) and the specific tensile strength and modulus (b) of the control, HT/D (c) Delig/D and Delig/I/D.

تحلیل واریانس بیانگر وجود تفاوت معنادار بین مقادیر میانگین مقاومت فشاری نمونه‌ها بود (P Value=۰/۰۰). نتایج نشان می‌دهد که بیش‌ترین

آزمون فشار: شکل ۷-الف مقاومت و مدول فشاری موازی الیاف نمونه‌ها و شکل ۷-ب مقاومت ویژه فشاری و مدول ویژه فشاری را نشان می‌دهد. نتایج

فشاری در نمونه آب گرمایی-فشرده و لیگنین زدایی-فشرده به ترتیب از بیشترین و کمترین مقدار برخوردار بودند. کاهش مدول الاستیسیته در نمونه لیگنین زدایی-فشرده را می توان به حذف لیگنین نسبت داد که عامل اصلی ایجاد اتصالات عرضی بین واحدهای سلولزی و صلبیت در چوب می باشد. لیگنین به عنوان عامل ایجادکننده قید جانبی و جلوگیری از کماتش میکروفیبریل ها نقش به سزایی در افزایش مقاومت و مدول فشاری دارد (۴). در نمونه فشرده-اشباع شده افزایش مدول را می توان به اثر پلی استر در برقراری اتصالات عرضی بین میکروفیبریل ها و کاهش کماتش آن ها نسبت داد. مدول ویژه فشاری نیز در همه سطوح از مدول ویژه نمونه شاهد بیش تر بود.

میزان مقاومت فشاری مربوط به نمونه لیگنین زدایی-اشباع-فشرده و نمونه آب گرمایی-فشرده و کمترین مقدار مربوط به نمونه لیگنین زدایی-فشرده است. مقایسه مقاومت فشاری نمونه ها بیانگر افزایش ۲/۵ برابری نمونه اشباع-فشرده در مقایسه با لیگنین زدایی-فشرده می باشد و علت را می توان به مقاومت فشاری بالای پلی استر تشکیل شده در اندک منافذ باقی مانده نسبت داد. همچنین نمونه آب گرمایی-فشرده نیز افزایش ۲ برابری مقاومت فشاری در قیاس با نمونه لیگنین زدایی-فشرده را ثبت نمود که ناشی از پر شدن فضای خالی چوب با ماده چوبی و حذف منافذ می باشد. نتایج محاسبه مقاومت ویژه نیز حاکی از عدم تغییر محسوس مقاومت ویژه فشاری در سطوح آب گرمایی فشرده و لیگنین زدایی-اشباع-فشرده در مقایسه با نمونه شاهد بود. مقدار مدول الاستیسیته



شکل ۷- مقاومت و مدول فشاری (الف) و مقاومت و مدول فشاری ویژه (ب) نمونه های شاهد (Control)، آب گرمایی-فشرده (HT/D)، لیگنین زدایی-فشرده (Delig/D) و لیگنین زدایی-اشباع-فشرده (Delig/I/D).

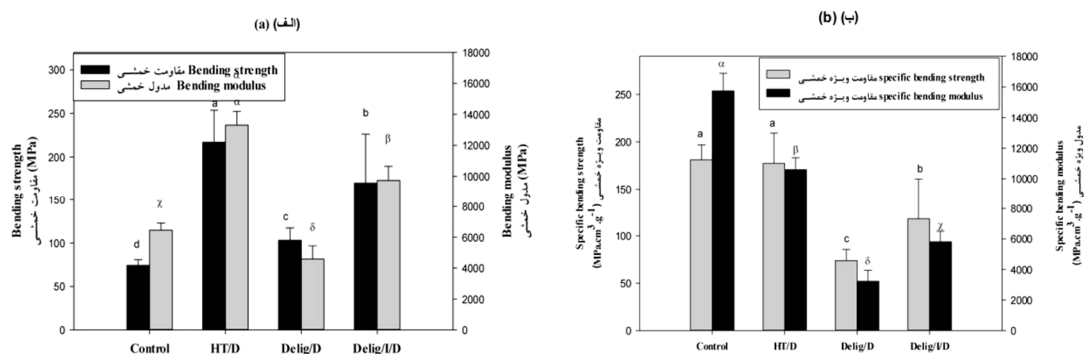
Figure 7. The compressive strength and modulus (a) and the specific compressive strength and modulus (b) of the control, HT/D (c) Delig/D and Delig/I/D.

مگاپاسکال) بود که افزایش ۲۵ و ۱۲۵ درصدی نسبت به نمونه های لیگنین زدایی-اشباع-فشرده و لیگنین زدایی-فشرده داشت. در پژوهش حاضر با توجه به این که در همه سطوح مقاومت فشاری کم تر از مقاومت کششی بود، بنابراین شکست در خمش

آزمون خمش: نتایج تحلیل واریانس نشان دهنده تفاوت معنادار بین مقادیر میانگین مقاومت خمشی و مدول خمشی نمونه ها بود (P VALUE=0.00). شکل ۸-الف نشان داد که بیشترین میزان مدول گسیختگی مربوط به نمونه آب گرمایی-فشرده (۲۳۳/۹)

نگردید. مقاومت ویژه خمشی، برخلاف مقاومت خمشی، در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده نیز کم‌تر از نمونه شاهد بود که علت را شاید بتوان به متأثر بودن مقاومت خمشی از مقاومت سطح نمونه نسبت داد؛ فشرده‌سازی در حجم نمونه، فقط در سطح، به مقدار زیاد (۸۰ درصد) انجام شده است، بنابراین علی‌رغم بیش‌تر بودن مقاومت خمشی، نسبت مقاومت خمشی به دانسیته کاهش یافت. روند تغییرات مدول الاستیسیته خمشی مشابه مدول کششی بوده و مدول-الاستیسیته خمشی نمونه آب‌گرمایی-فشرده نسبت به نمونه‌های اشباع-فشرده و لیگنین‌زدایی-فشرده مدول خمشی به ترتیب ۱/۴ و ۲/۹ برابر بالاتر بود. افزایش بلورینگی سلولز و افزایش اتصالات عرضی لیگنین در اثر اصلاح آب‌گرمایی موجب افزایش قابل‌ملاحظه مدول خمشی گردید هرچند مدول خمشی ویژه در همه سطوح اصلاح‌شده کم‌تر از نمونه شاهد بود.

متأثر از تنش فشاری بوده و مقدار مقاومت خمشی بیش‌تر از مقاومت فشاری و کم‌تر از مقاومت کششی بود. نتایج نشان داد که پیش‌تیمار لیگنین‌زدایی موجب کاهش مقاومت فشاری گردید؛ بنابراین مقاومت خمشی در نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده کاهش یافت؛ اما در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده به دلیل تشکیل پلی‌استر در سطح، مقاومت خمشی به میزان قابل‌ملاحظه‌ای بهبود یافت. مقدار مقاومت ویژه خمشی (شکل ۸-ب) فقط در نمونه آب‌گرمایی-فشرده برابر با نمونه شاهد بود و در سایر سطوح کاهش یافت. با توجه به این‌که به‌طورکلی مقاومت خمشی تحت‌تأثیر دو مقاومت فشاری و کششی بوده و توزیع تنش خمشی در سطح مقطع، مثالی بوده و سطوح نمونه نقش مهمی در مقاومت خمشی ایفا می‌کنند (۴)، بنابراین ایجاد ترک در دیواره سلولی چوب آب‌گرمایی-فشرده در سطوح نمونه خیلی مسأله‌ساز نبوده و منجر به افت مقاومت ویژه خمشی



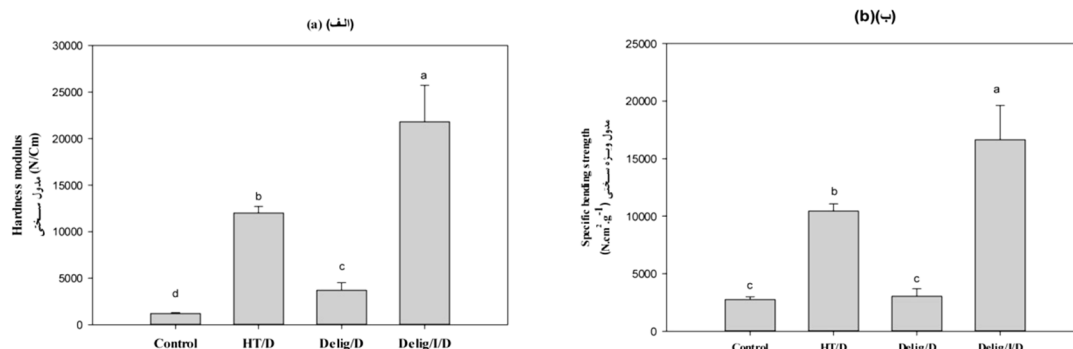
شکل ۸- مقاومت و مدول خمشی (الف) و مقاومت و مدول خمشی ویژه (ب) نمونه‌های شاهد (Control)، آب‌گرمایی-فشرده (HT/D)، لیگنین‌زدایی-فشرده (Delig/D) و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده (Delig/I/D).

Figure 8. Flexural strength and modulus (a) and the specific flexural strength and modulus (b) of the control, HT/D (c) Delig/D and Delig/I/D.

سختی نمونه‌ها، تفاوت معنادار وجود دارد (P VALUE=۰/۰۰). نتایج نشان می‌دهد بیش‌ترین مدول سختی مربوط به نمونه اشباع-فشرده و سختی نمونه آب‌گرمایی-فشرده بیش از نمونه لیگنین‌زدایی-

آزمون سختی: شکل ۹-الف مقادیر مدول سختی نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده، لیگنین‌زدایی-فشرده و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده را نشان می‌دهد. نتایج تحلیل واریانس نشان داد که بین مقادیر میانگین

باقی مانده در نمونه فشرده را پوشش داده و ساختاری یکپارچه و مقاوم ارائه می‌دهد. مقدار مدول ویژه سختی (شکل ۹-ب) در نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده مشابه نمونه شاهد بود ولی در دو سطح دیگر بالاتر از نمونه شاهد بود که نشان‌دهنده اثربخشی اصلاح تلفیقی لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده در بهبود سختی می‌باشد.



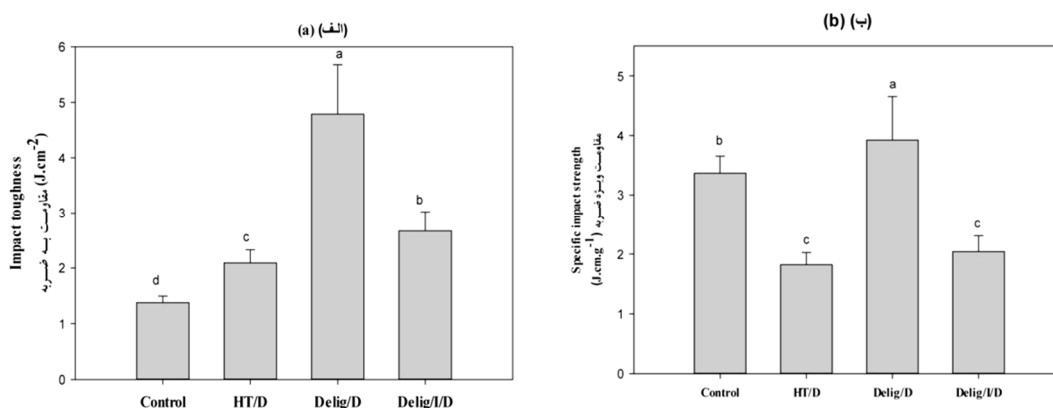
شکل ۹- مدول سختی (الف) و مدول ویژه سختی (ب) نمونه‌های شاهد (Control)، آب‌گرمایی-فشرده (HT/D)، لیگنین‌زدایی-فشرده (Delig/D) و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده (Delig/I/D).

Figure 9. The hardness modulus (a) and the specific hardness modulus (b) of the control, HT/D (c) Delig/D and Delig/I/D.

حالت فشرده و در نتیجه افزایش قابلیت جذب بار ناگهانی و بهبود مقاومت به ضربه می‌شود (۳۲). تشکیل پلیمر در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده سبب تشدید شکنندگی و کاهش مقاومت در قیاس با نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده شد. در نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده نیز، به دلیل افزایش بلورینگی سلولز و افزایش برقراری پیوند عرضی بین واحدهای لیگنین در اثر اصلاح آب-گرمایی (۵) شکنندگی دیواره سلولی افزایش و تغییر شکل‌پذیری الاستیک و متعاقباً مقاومت به ضربه کاهش یافت. مقدار مقاومت به ضربه ویژه در نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده بیش‌تر از نمونه شاهد و در دو سطح اصلاح‌شده دیگر کم‌تر از نمونه شاهد بود.

فشرده بود. از آنجایی که سختی یک جسم معرف میزان نفوذ جسمی دیگر در آن می‌باشد، بنابراین فشرده‌سازی قابل‌ملاحظه (۸۰ درصد) که سبب حذف و پر شدن منافذ موجود در ساختار با ماده چوبی می‌شود منجر به بهبود مقاومت و افزایش سختی می‌گردد. به‌علاوه اشباع چوب لیگنین‌زدایی شده با ترکیب گلیسرول-مالئیک‌انیدرید اندک فضای

آزمون ضربه: مقادیر میانگین مقاومت به ضربه که بیانگر قابلیت مواد در جذب انرژی و سپس پراکنده‌سازی آن از طریق ایجاد تغییر شکل قبل از شکست می‌باشد، در شکل ۱۰-الف و مقدار مقاومت به ضربه ویژه در شکل ۱۰-ب نشان داده شده است. نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده از بالاترین مقاومت به ضربه ($4/8 \text{ j/m}^2$) برخوردار بود. در مقایسه با چوب ماسیو، نمونه‌های لیگنین‌زدایی-فشرده، آب‌گرمایی-فشرده و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده به ترتیب ۲۵۰، ۱۳۰ و ۸۰ درصد افزایش مقاومت به ضربه را نشان دادند. در نمونه‌های لیگنین‌زدایی شده، خروج لیگنین که عامل اتصال‌دهنده بین اجزای سلولزی است، موجب افزایش میزان فشردگی و برقراری پیوندهای هیدروژنی بین اجزای باقی‌مانده دیواره سلولی در



شکل ۱۰- ۱- مقاومت به ضربه (الف) و مقاومت به ضربه ویژه (ب) نمونه‌های شاهد (Control)، آب گرمایی-فشرده (HT/D)، لیگنین‌زدایی-فشرده (Delig/D) و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده (Delig/I/D).

Figure 10. Impact strength (a) and the specific impact strength (b) of the control, HT/D (c) Delig/D and Delig/I/D.

لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده تقریباً برابر با نمونه شاهد بود. مدول ویژه سختی نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده نیز بیش‌تر از سطوح دیگر بود.

نتیجه کلی آزمون‌های مکانیکی بیانگر کارآمدی تلفیق لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده‌سازی بر بهبود مقاومت ویژه کششی، فشاری و سختی در مقایسه با شاهد بود. مقاومت ویژه ضربه نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده بیش‌تر از نمونه شاهد و در دو سطح دیگر کم‌تر از نمونه شاهد بود که این امر خارج از انتظار نبود؛ تیمار آب‌گرمایی و اشباع موجب افزایش شکنندگی و کاهش مقاومت به ضربه ویژه شدند. مقاومت ویژه خمشی، برخلاف مقاومت خمشی، در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده نیز کم‌تر از نمونه شاهد بود که علت را شاید بتوان به متأثر بودن مقاومت خمشی از مقاومت سطح نمونه نسبت داد؛ فشرده‌سازی در حجم نمونه، فقط در سطح، به مقدار زیاد (۸۰ درصد) انجام شده است، بنابراین علی‌رغم بیش‌تر بودن مقاومت خمشی، نسبت مقاومت خمشی به دانسیته کاهش یافت.

نتیجه‌گیری کلی

تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشان داد در نمونه‌های آب‌گرمایی-فشرده حفرات سلولی با ماده دیواره سلولی کاملاً پر شدند ولی به دلیل افزایش شکنندگی دیواره سلولی ترک‌هایی در مقطع عرضی مشاهده شد. در نمونه لیگنین‌زدایی-فشرده‌شده علی‌رغم فشردگی زیاد حفرات سلولی قابل‌مشاهده بود که نشان‌دهنده بازگشت فشردگی پس از پرس می‌باشد. در نمونه لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده حفرات و فضای خالی باقی‌مانده تا حد بسیار زیادی با پلی‌استر حاصل از واکنش گلیسرول-مالئیک‌انیدرید پر شدند. نتایج آزمون کشش نشان داد مقاومت ویژه کششی نمونه‌های لیگنین‌زدایی-فشرده و لیگنین‌زدایی-اشباع-فشرده بیش‌تر از نمونه شاهد بود در حالی‌که مقاومت ویژه کششی نمونه آب‌گرمایی-فشرده کم‌تر از نمونه شاهد بود. خروج لیگنین از لایه بین سلولی می‌تواند سبب لغزیدن الیاف و تشکیل پیوند هیدروژنی در نمونه‌های لیگنین‌زدایی-فشرده و پیوندهای قوی استری حین فشرده‌سازی شود که به بهبود مقاومت ویژه کششی منجر می‌گردد. مقاومت ویژه فشاری در سطوح آب گرمایی فشرده و

منابع

1. Bal, B.C. 2016. Some technological properties of laminated veneer lumber produced by fast-growing poplar and eucalyptus. *Maderas-Ciencia Technology*. 18: 3. 413-424.
2. Bao, M., Huang, X., Jiang, M., Yu, W., and Yu, Y. 2017. Effect of thermo-hydro-mechanical densification on microstructure and properties of poplar wood (*Populus tomentosa*). *J. of Wood Science*. 63: 591-605.
3. Bektas, I., Guler, C., Kalaycioglu, H., Mengeloglu, F., and Nakar, M. 2005. The manufacture of particle boards using sunflowers stalks (*Helianthus annuus* L.) and poplar wood (*Populus Alba* L.). *J. of Composite Materials*. 39: 5. 467-473.
4. Bodig, J., and Jayne, B.A. 1982. *Mechanics of wood and wood Composite s*. Van Nostrand Reinhold Co. New York. 712p.
5. Boonstra, M.J., and Blomberg, J. 2007. Semi-isostatic densification of heat-treated radiata pine. *J. of Wood Science Technology*. 41: 607-617.
6. Cavus, V. 2020. Selected properties of Mahogany wood flour filled polypropylene composite: the effect of maleic anhydride-graft polypropylene (MAPP). *Bioresources* 15: 2. 2227-2236.
7. Cossalter, C., and Smith, C. 2003. *Fast-wood forestry Myths and Realities*. Center for International Forestry Research. Bogor, Indonesia. 50p.
8. Dastoorian, F., Farhadi, F., Hosseinzadeh, F., and Zabihzade, S.M. 2019. Effect of thermal treatment on physical and chemical structure of *Fagus Orientals* and *Acer velutinum*. *Iran J. of Wood and Paper Researches*. 33: 1. 142-154. (In Persian)
9. Demirbas, A. 1998. Aqueous glycerol delignification of wood chips and ground wood. *J. of Bioresource Technology*. 63: 2. 179-185.
10. Dogu, D., Bakir, D., Tuncer, F.D., Hizal, K.T., Unsal, O., and Kandan, Z. 2016. Microscopic investigation of defects in thermally compressed poplar wood panels. *J. of Maderas-Ciencia Technology*. 18: 2. 337-348.
11. Emami, S., Tabil, L.G., and Adapa, P. 2015. Effect of Glycerol on densification of agricultural biomass. *International J. of Agricultural and Biological Engineering*. 8: 1. 64-73.
12. Esteves, B., Velez Marques, A., Domingos, I., and Pereira, H. 2006. Influence of steam heating on the properties of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood. *J. of Wood Science and Technology*. 41: 193-207.
13. Frey, M., Widner, D., Segmehl, J., Casdorff, K., Keplinger, T., and Burgert, I. 2018. Delignified and densified cellulose bulk materials with excellent tensile properties for sustainable engineering. *J. of Applied Materials and Interfaces*. 10: 5. 5030-5037.
14. Frey, M., Schneider, L., Zirkelbach, M., Dransfeld, C., Masania, K., Keplinger, T., and Burgert, I. 2019. Densified cellulose materials and delignified wood reinforced composites. - International. Conference on Composite Materials (ICCM), Melbourne, Australia. 156p.
15. Fu, Q., Cloutier, A., and Laghdir, A. 2016. Optimization of the thermo-hygro mechanical (THM) process for sugar maple wood densification. *BioResources*. 11: 4. 8844-8859.
16. Guo, J., Song, K., Salmen, L., and Yin, Y. 2015. Changes of wood cell walls in response to hygro-mechanical steam treatment. *Carbohydrate Polymers*. 115: 207-214.
17. Hajihassani, R., Mohebbi, B., Kazemi Najafi, S., and Navi, P. 2018. Influence of combined hygrothermomechanical treatment on technical characteristics of poplar wood. *Maderas Ciencia y Tecnologia*. 20: 1. 117-128.
18. Hung, R., Lee, S., and Bennett, J.W. 2013. *Arabidopsis thaliana* as a model system for testing the effect of Trichoderma volatile organic compounds. *J. of Fungal Ecology*. 6: 19-26.
19. Ito, Y., Tanahashi, M., Shigematsu, M., Shinoda, Y., and Ohta, C. 1998. Compressive-molding of wood by high-pressure steam-treatment: Part 1.

- Development of compressively molded squares from thinnings. *Holzforchung-International J. of the Biology. Chemistry. Physics and Technology of Wood*. 52: 2. 211-216.
20. Karadeniz, N., Tiril, A., and Baylan, E. 2009. Wetland management in Turkey: Problems, achievements and perspectives. *African J. of Agricultural Research*. 4: 11. 1106-1119.
 21. Kazi, S.N. 2018. Pulp and paper processing. Intech Open: London, United Kingdom. 33p.
 22. Keplinger, T., Frey, M., and Burgert, I. 2018. Versatile strategies for the development of wood-based functional materials. In *Bio inspiration. J. of Biomimetic and Bio replication VIII*. 10593: 10593-13.
 23. Kutnar, A., Kamke, F.A., and Sernek, M. 2008. Density profile and morphology of viscoelastic thermal compressed wood. *J. of Wood Science and Technology*. 43: 57-68.
 24. Laine, K., Belt, T., Rautkari, L., Ramsay, J., Hill, C.A.S., and Hughes, M. 2013. Measuring the thickness swelling and set-recovery of densified and thermally modified Scots pine solid wood. *J. of Material Science*. 48: 8530-8538.
 25. Laine, K., Segerholm, K., Walinder, M., Rautkari, L., and Hughes, M. 2016. Wood densification and thermal modification: hardness, set-recovery and micromorphology. *J. of Wood Science Technology*. 50: 5. 883-894.
 26. Mohammadi, A., Tabarsa, T., and Tasoji, M. 2011. Effect of static compressive of treated Paulownia wood on relationship between mechanical properties and density. *Iran J. of Wood and Paper Researches*. 26: 2. 592-604. (In Persian)
 27. Morsing, N., and Hoffmeyer, P. 1998. Densification of wood: the influence of hydrothermal treatment on compression of beech perpendicular to grain. Kgs. Lyngby, Denmark: Technical University of Denmark. BYG-Rapport; No. R-79, 146p.
 28. Navi, P., and Heger, F. 2004. Combined densification and thermo-hydro-mechanical processing of wood. *Materials Research Society Bulletin*. 29: 5. 332-336.
 29. Novo, L.P., Gurgel, L.V.A., Marabrzi, K., and Curvelo, A.A.S. 2011. Delignification of sugarcane bagasse using glycerol-water mixtures to produce pulps for saccharification. *Bioresource Technology*. 102: 10040-10046.
 30. Romani, A., Ruiz, H.A., Pereira, F.P., Domingues, L., and Teixeira, J.A. 2013. Fractionation of Eucalyptus globulus Wood by Glycerol-Water Pretreatment: Optimization and Modeling. *J. of American chemical society*. 52: 14342-14352.
 31. Roussel, C., Marchetti, V., Lemor, A., Wozniak, E., Loubinoux, B., and Gerardin, P. 2001. Chemical modification of wood by polyglycerol-maleic anhydride treatment. *Holzforchung*. 55: 57-62.
 32. Rowell, R. 1984. The chemistry of solid wood. American Chemical Society, Washington, DC, 290p.
 33. Sandberg, D., Haller, P., and Navi, P. 2013. Thermo-hydro and thermo-hydro-mechanical wood processing: An opportunity for future environmentally friendly wood products. *J. of Wood Material Science and Engineering*. 8: 1. 64-88.
 34. Shams, M.I., and Yano, H. 2011. Compressive deformation of phenol formaldehyde (PF) resin-impregnated wood related to the molecular weight of resin. *J. of Wood Science Technology*. 45: 73-81.
 35. Song, J., Chen, C., Zhu, S., Zhu, M., Dai, J., Ray, U., and Yao, Y. 2018. Processing bulk natural wood into a high-performance structural material. *Nature*. 554: 224-228.
 36. Standard, T.A.P.P.I. 1999. Method T222 om. TAPPI test methods. 5p.
 37. Sun, F., and Chen, H. 2008. Enhanced enzymatic hydrolysis of wheat straw by aqueous glycerol pretreatment. *J. of Bio Resource Technology*. 99: 6156-6161.

38. Tu, D., Su, X., Zhang, T., Fan, W., and Zhou, Q. 2014. Thermo mechanical densification of *populus tomentosa* var. *tomentosa* with low moisture content. *BioResources*. 9: 3. 3846-3856.
39. Unsal, O., Kartal, S.N., Candan, Z., Arango, R.A., Clausen, C.A., and Green, F. 2009. Decay and termite resistance, water absorption and swelling of thermally compressed wood panels. *International Biodeterioration and Biodegradation*. 63: 548-552.
40. Welzbacher, C.R., Wehsener, J., Rapp, A.O., and Haller, P. 2008. Thermo-mechanical densification combined with thermal modification of Norway spruce (*Picea abies* Karst) in industrial scale- Dimensional stability and durability aspects. *Holz Roh Werkst*. 66: 39-49.



Full Length Research Paper

Effect of delignification pre-treatment on mechanical properties of poplar wood

S.M.H. Yahyae¹, F. Dastoorian^{*2}, M. Ghorbani³ and S.M. Zabihzadeh³

¹M.Sc. Student, Dept. of Wood and Cellulosic Products Engineering, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University,

²Assistant Prof., Dept. of Wood and Cellulosic Products Engineering, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University,

³Associate Prof., Dept. of Wood and Cellulosic Products Engineering, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University

Received: 08.14.2021; Accepted: 10.17.2021

Abstract

Background and Objectives: In the present study, a modification method combining delignification and densification was used to improve the mechanical properties of fast-growing poplar wood, aimed to extend their applications into structural and semi-structural purposes. Recent studies showed that partial removal of lignin before densification may increase the compressibility and hydrogen bond formation during densification led to considerable mechanical properties improvement.

Materials and Methods: Poplar wood blocks were delignified with glycerol as an organic solvent. One level of delignified blocks were densified immediately after washing and another level were surface impregnated with glycerol-maleic anhydride and densified to polymerization during densification further increase the mechanical properties of densified wood. At a third level, in order to compare the method of delignification and polymerization with heat treatment, the wood blocks were hydrothermally treated in temperature and pressure conditions similar to delignification and then densified. The compressing ratio was considered 80% for three levels. In order to investigate the morphological changes in the control and modified samples, scanning electron images were prepared. In order to investigate the effect of modification on mechanical properties, compression and tension parallel to grain, static bending, hardness and impact tests was conducted.

Results: The lignin removal content was 55% and weight gain after impregnation was 7.5%. Electron microscopic images showed filling of wood lumens with cell wall materials in hydrothermally treated samples, and also some cracks were appeared because of increasing brittleness of cell wall. In delignified-densified samples, a lot of lumens were observed probably because of set recovery after press. In delignified-impregnated-densified samples, the lumens were filled by polyesters formed by reaction of glycerol and maleic anhydride. The tensile strength of delignified-densified samples was more the hydrothermally treated ones because of hydrogen bond formation between cellulose units. Impregnation with glycerol-maleic anhydride led to further increase of tensile strength due to ester bond formation. The highest amount of tension and compression modulus was belonging to hydrothermally treated samples as a function of condensation reaction of lignin and increasing the crystallinity of cellulose. In impregnated-densified samples because of filling the lumens and strong ester bond formation,

*Corresponding author: f.dastoorian@sanru.ac.ir

the tensile and compressive modulus was higher than the delignified-densified samples. The flexural strength of impregnated–densified samples was considerably increased because of polyester formation in surface. The highest hardness modulus was belonging to delignified-impregnated-densified samples. The highest impact strength was related to the delignified-densified samples and impregnating with glycerol-maleic anhydride led to a little decrease.

Conclusion: Results of mechanical tests showed the effectiveness of the combined delignification-impregnation- densification modifying method on improvement of specific tension, compressive and hardness strength compared to the control ones. Specific impact strength of delignified-densified samples was higher than the control and two other levels attributed to higher ductility. Unlike flexural strength, the specific flexural strength of delignified-impregnated-densified samples was lower than the control, attributing to the strength of sample surface; densification was conducted considerable (80%) in the volume of samples, not only in surface, therefore, despite of higher flexural strength, the specific flexural strength decreased.

Keywords: Delignification, Specific strength, Wood modification

