

(OPEN ACCESS)

Production and evaluation of redispersible oven-dried cellulose nanofibers

Seyed Reza Hosseini Motlagh¹, Armin Jamali², Taghi Tabarsa³, Hossein Yousefi^{*4}

1. M.Sc. Student of Wood Technology and Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran. E-mail: r.hosyni67@gmail.com
2. Ph.D. Graduate, Dept. of Wood Technology and Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran. E-mail: a.jamali.ir@gmail.com
3. Professor, Dept. of Wood Technology and Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran. E-mail: tabarsa.t@gmail.com
4. Corresponding Author, Associate Prof., Dept. of Wood Technology and Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran. E-mail: hyousefi.ir@gmail.com

Article Info

Article type:
Full Length Research Paper

Article history:
Received: 04.21.2026
Revised: 07.12.2026
Accepted: 07.12.2026

Keywords:
Carboxymethyl cellulose (CMC),
Cellulose nanofibers (CNF),
Redispersion,
Thermal drying

ABSTRACT

Background and Objectives: Cellulose nanofibers (CNF) possess remarkable properties, including high mechanical strength, a vast specific surface area, and inherent characteristics of being bio-based, biocompatible, and biodegradable. These attributes position CNF as a material with significant potential for widespread application across diverse industries, ranging from construction, automotive, and electronics to air, water, and gas filtration, paper and packaging, textiles, sporting goods, medicine and biomedical engineering, the food industry, paints and coatings, aerospace, and beyond. However, existing production methods for this valuable nanomaterial have traditionally been wet-based, resulting in the initial nanomaterial being produced and supplied with a very high-water content, often as much as 98%. The conventional supply of CNF as a low-concentration aqueous suspension or gel presents considerable logistical challenges, including significantly high transportation and storage costs, as well as the inherent risk of microbial degradation during storage. Consequently, drying emerges as an ideal solution to overcome these practical hurdles. Nevertheless, conventional thermal drying processes often lead to an irreversible phenomenon known as hornification, which involves the formation of permanent hydrogen bonds between cellulose nanofibers, resulting in a loss of their redispersibility in water. To address and overcome this critical limitation, this study was undertaken with the specific aim of developing a dry, redispersible form of nanocellulose through the strategic addition of carboxymethyl cellulose (CMC).

Materials and Methods: The materials used in this study included cellulose nanofiber gel supplied by NanoNovin Polymer (knowledge-based company, Iran) and carboxymethyl cellulose (CMC) obtained from Dr. Mojalli Co. The CNF suspension or gel was mixed with varying amounts of CMC (1%, 2%, 3%, 5%, 10%, and 15%), and the mixtures were dried in a conventional oven at 70 °C. The redispersibility of the dried CNF

powders in water and the physicochemical properties of the reconstituted gels were evaluated and compared with those of the never-dried CNF (control sample) through rheological measurements, FTIR spectroscopy, XRD analysis, FE-SEM imaging, and tensile testing.

Results: The results demonstrated that the presence of CMC effectively prevented irreversible hornification and enabled complete redispersion of CNFs in water. The sample containing 2% CMC (CNF2%) was identified as the optimal formulation, as its viscosity and tensile strength showed no statistically significant difference from the control sample, while FE-SEM images confirmed a uniform distribution with minimal fiber aggregation. FTIR and XRD analyses further indicated no undesirable chemical modifications or degradation of cellulose crystallinity. This study presents a practical, cost-effective, and scalable approach for producing dry cellulose nanofibers, offering a promising route to mitigate logistical challenges and facilitate the industrial utilization of this valuable nanomaterial.

Cite this article: Hosseini Motlagh, Seyed Reza, Jamali, Armin, Tabarsa, Taghi, Yousefi, Hossein. 2026. Production and evaluation of redispersible oven-dried cellulose nanofibers. *Journal of Wood and Forest Science and Technology*, 33 (2), 143-161.



© The Author(s).

DOI: 10.22069/jwfst.2026.24652.2157

Publisher: Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources

تولید و ارزیابی خواص نانوالیاف سلولز خشک‌شده توسط آون با قابلیت پراکنش مجدد در آب

سیدرضا حسینی مطلق^۱، آرمین جمالی^۲، تقی طبرسا^۳، حسین یوسفی^{۴*}

۱. دانشجوی کارشناسی ارشد تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران.
رایانامه: r.hosyni67@gmail.com
۲. دانش‌آموخته دکتری تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران.
رایانامه: a.jamali.ir@gmail.com
۳. استاد گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران. رایانامه: tabarsa.t@gmail.com
۴. نویسنده مسئول، دانشیار گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران.
رایانامه: hyousefi.ir@gmail.com

چکیده	اطلاعات مقاله
سابقه و هدف: نانوالیاف سلولز (CNF) به دلیل خواص منحصر به فردی چون استحکام مکانیکی بالا، سطح ویژه وسیع، زیست‌پایه بودن، زیست سازگار بودن و زیست تخریب پذیر بودن، پتانسیل بالایی برای کاربرد در صنایع مختلفی همچون ساختمان، خودرو سازی، الکترونیک، فیلتراسیون هوا، آب و گاز، کاغذ و بسته بندی، نساجی، لوازم ورزشی، پزشکی و مهندسی پزشکی، صنایع غذایی، رنگ و پوشش، هوا و فضا و سایر موارد دارند. از طرفی، روش های تولید معرفی شده برای این نانوماده با ارزش تاکنون، تر بوده بنابراین نانوماده اولیه همراه با آب زیاد (عمدتاً ۹۸ درصد) تولید و عرضه می شود. هم چنین، عرضه متداول این ماده به صورت سوسپانسیون یا ژل آبی با غلظت پایین، چالش های عمده ای از جمله هزینه های حمل و نقل و ذخیره سازی بالا و خطر فساد میکروبی را به همراه دارد؛ بنابراین خشک کردن به عنوان یکی از راه حل های مؤثر برای غلبه بر این چالش ها محسوب می شود. با این حال، فرآیندهای خشک کردن حرارتی نظیر آون حرارتی معمولاً منجر به پدیده دلمگی یا تشکیل پیوندهای هیدروژنی پرتعداد و مقاوم به گسست بین نانوالیاف شده و منجر به از دست دادن قابلیت پراکنش مجدد آن ها در آب می شود. یکی از روش های کارآمد جهت رفع این مسئله، استفاده از افزودنی های پراکنده ساز می باشد. این پژوهش با هدف غلبه بر این مانع، به تولید نانوسلولز خشک با قابلیت پراکنش مجدد در آب با استفاده از افزودنی کربوکسی متیل سلولز (CMC) انجام شد.	نوع مقاله: مقاله کامل علمی- پژوهشی تاریخ دریافت: ۱۴۰۵/۰۲/۰۱ تاریخ ویرایش: ۱۴۰۵/۰۴/۲۱ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۵/۰۴/۲۱ واژه های کلیدی: پراکنش مجدد، خشک کردن حرارتی، کربوکسی متیل سلولز (CMC)، نانوالیاف سلولز (CNF)

مواد و روش ها: مواد مورد استفاده در این پژوهش ژل نانوالیاف سلولز تهیه شده از شرکت دانش بنیان نانونوین پلیمر و کربوکسی متیل سلولز با درجه استخلاف ۰/۵۴ تهیه شده از شرکت

دکتر مجللی می‌باشد. جهت ساخت نمونه‌ها، سوسپانسیون یا ژل نانوالیاف سلولز با غلظت ۲ درصد وزنی با مقادیر مختلف (CMC) (۱، ۲، ۳، ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد وزن خشک) مخلوط و توسط آون معمولی (دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد) طی ۲۴ ساعت خشک شدند. سپس قابلیت بازپراکنش نانوالیاف سلولز خشک‌شده در آب و خواص فیزیکوشیمیایی ژل حاصل، با استفاده از آزمون‌های رئولوژی، FTIR، XRD، FE-SEM و کشش مورد ارزیابی و با نمونه شاهد (CNF هرگز خشک‌نشده) مقایسه شد.

یافته‌ها: نتایج نشان داد که حضور CMC به‌طور مؤثری از دلمه‌گی و تشکیل پیوندهای هیدروژنی پرتعداد جلوگیری کرده و پراکنش بهینه مجدد را ممکن می‌سازد. نمونه حاوی ۲ درصد CMC (CNF2%) به‌عنوان نمونه بهینه شناسایی شد. چرا که خواص گرانیروی و مقاومت کششی آن اختلاف آماری معنی‌داری با نمونه شاهد نداشت و تصاویر FE-SEM توزیع یکنواخت و عدم تجمع شدید نانوالیاف را تأیید کرد. آنالیزهای FTIR و XRD نیز تغییر شیمیایی نامطلوب یا تخریب ساختار کریستالی سلولز را نشان ندادند. این پژوهش راهکاری عملی، مقرون‌به‌صرفه و مقیاس‌پذیر برای تولید نانوسلولز خشک ارائه می‌دهد که بالقوه می‌تواند گامی مؤثر در جهت رفع موانع لجستیکی و صنعتی‌سازی این نانوماده ارزشمند محسوب شود.

استناد: حسینی مطلق، سیدرضا، جمالی، آرمین، طبرسا، تقی، یوسفی، حسین (۱۴۰۵). تولید و ارزیابی خواص نانوالیاف سلولز خشک‌شده توسط آون با قابلیت پراکنش مجدد در آب. *نشریه پژوهش‌های علوم و فناوری چوب و جنگل*، ۳۳ (۲)، ۱۶۱-۱۴۳.

DOI: 10.22069/jwfst.2026.24652.2157



© نویسندگان.

ناشر: دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

مقدمه

سلولز و نانوسلولز: سلولز یکی از فراوان‌ترین پلیمرهای طبیعی روی زمین با تولید سالانه حدود ۵۰۰ میلیارد تن می‌باشد. این پلیمر خطی از واحدهای اندرو - D - گلوکز تشکیل شده که توسط پیوندهای گلیکوزیدی ($\beta - 1 \rightarrow 4$) به یکدیگر متصل می‌شوند. وجود سه گروه هیدروکسیل آزاد در هر واحد مونومری (کربن ۲، ۳ و ۶)، امکان تشکیل شبکه گسترده‌ای از پیوند را فراهم می‌کند که به ایجاد ساختارهای سلسله‌مراتبی از جمله نانوفیبریل‌ها و نانوکریستال‌ها و نیز امکان پیوند با سایر مواد منجر می‌شود. در دهه‌های اخیر نانوساختارهای سلولزی نظیر نانوالیاف سلولز توجه گسترده‌ای را به دلایلی هم‌چون سطح ویژه بسیار بالا، استحکام مکانیکی عالی، شیمی سطح قابل‌کنترل، مورفولوژی قابل تنظیم، زیست‌سازگاری، زیست‌تخریب‌پذیری و زیست‌تجدیدپذیری به خود جلب کرده است. به‌نحوی که پتانسیل بالایی برای ایجاد تحول در صنایع مختلف از جمله کاغذسازی و بسته‌بندی، نانوکامپوزیت‌ها، پزشکی، مهندسی پزشکی، خودروسازی، الکترونیک، فیلتراسیون آب، هوا و گاز و سایر صنایع دارد (۱، ۲، ۳، ۴، ۵، ۶). روش‌های تولید نانوسلولز عمدتاً به سه دسته بالا به پایین، پایین به بالا و ترکیبی تقسیم می‌شوند که شامل انواع روش‌های مکانیکی، شیمیایی، مکانیکی-شیمیایی و سنتز باکتریایی می‌باشند. از دیدگاه صنعتی، دو گروه نانوالیاف سلولز (CNF)^۱ و نانوکریستال‌های سلولز (CNC)^۲ تولید شده توسط روش‌های مکانیکی و شیمیایی به دلیل سهولت نسبی تولید و دسترسی به منابع اولیه گیاهی فراوان، از اهمیت و مقیاس‌پذیری بیش‌تری برخوردار هستند (۱).

چالش‌های تولید و عرضه نانوسلولز: علی‌رغم خواص ارزشمند نانوسلولز، یک چالش عمده در مسیر

تجاری‌سازی و استفاده صنعتی گسترده از این نانوماده، به‌ویژه در مورد CNF، وجود دارد. روش‌های متداول تولید، نانوسلولز را به‌صورت سوسپانسیون آبی با غلظت جامد بسیار پایین (معمولاً کم‌تر از ۵ درصد وزنی) ارائه می‌دهند. این مسأله منجر به افزایش چشمگیر حجم و وزن محصول، هزینه‌های بالای حمل‌ونقل و ذخیره‌سازی و هم‌چنین خطر فساد میکروبی در طولانی‌مدت می‌شود. یکی از ایده‌آل‌ترین راه‌حل‌ها برای غلبه بر این محدودیت‌ها، خشک‌کردن سوسپانسیون‌ها به‌منظور حذف آب و کاهش حجم آن است؛ اما فرآیند خشک‌کردن باعث ایجاد پیوندهای هیدروژنی پرتعداد و بسیار مقاوم به برگشت بین گروه‌های هیدروکسیل نانوالیاف مجاور هم می‌شود که پدیده‌ای موسوم به استخوانی‌شدن^۳ را به وجود می‌آورد (۷). این پدیده، پراکنش مجدد نانوالیاف در آب را با مشکل مواجه ساخته و خواص منحصربه‌فرد نانوسلولز را تحت تأثیر منفی قرار می‌دهد. بنابراین یافتن راه‌حلی مناسب برای خشک‌کردن نانوسلولز با کم‌ترین میزان تأثیر در خواص اولیه آن، چالشی جدی و مهم برای گام صنعتی این نانوماده محسوب می‌شود.

روش‌های خشک‌کردن نانوسلولز: انتخاب روش خشک‌کنی می‌تواند نقش تعیین‌کننده‌ای در حفظ قابلیت پراکنش مجدد نانوسلولز خشک‌شده ایفا می‌کند. روش‌های پیشرفته‌ای مانند خشک‌کردن انجمادی و خشک‌کردن با سیال فوق‌بحرانی با ایجاد تخلخل بالا در نتیجه حذف موئینگی آب و حفظ سطح ویژه نانومواد، به‌طور مؤثری از پدیده استخوانی‌شدن جلوگیری می‌کنند. بااین‌حال، هزینه سرمایه‌گذاری و عملیاتی بسیار بالا، مصرف انرژی فراوان و عدم امکان تولید در مقیاس انبوه، این روش‌ها را برای کاربردهای صنعتی نامناسب ساخته است (۸). در مقابل، خشک‌کردن حرارتی معمولی با

1- Cellulose Nanofibers

2- Cellulose nanocrystal

3- Hornification

آون، یک روش بسیار مقرون به صرفه، سریع، ساده و کاملاً مقیاس پذیر برای صنعت محسوب می شود. اما این روش به دلیل اعمال تنش های موئینگی شدید در حین تبخیر آب، منجر به نزدیک شدن شدید نانوالیاف به یکدیگر و تشکیل پیوندهای هیدروژنی زیاد شده که در نتیجه آن پراکنش مجدد محصول خشک شده را غیرممکن یا بسیار دشوار می سازد (۷). بنابراین، یک مسئله فنی مهم، یافتن راه حلی برای بهره گیری از مزایای عملیاتی و اقتصادی روش خشک کردن حرارتی معمولی، در عین غلبه بر عیب بزرگ آن یعنی استخوانی شدن است. یکی از راه حل های کارآمد، استفاده از افزودنی های پراکنده ساز می باشد که با ایجاد سد فیزیکی و یا شیمیایی بین نانوالیاف، از تشکیل پیوندهای هیدروژنی مستقیم و تجمع برگشت ناپذیر آن ها جلوگیری می کنند. از جمله این افزودنی ها کربوکسی متیل سلولز می باشد.

نقش کربوکسی متیل سلولز به عنوان افزودنی پراکنده ساز:
در این پژوهش از کربوکسی متیل سلولز (CMC)^۱ به عنوان عامل پراکنده ساز استفاده گردید. CMC مشتقی آنیونی و محلول در آب از سلولز است که از واکنش اترسازی گروه های هیدروکسیل سلولز با اسید کلرواستیک تولید می شود. دو ویژگی کلیدی، CMC را به گزینه ای ایده آل برای مهار پدیده استخوانی شدن تبدیل می کند: نخست، سازگاری ذاتی شیمیایی با نانوسلولز ناشی از اشتراک ساختار پایه سلولزی که به جذب مؤثر آن بر سطح نانوالیاف کمک می کند؛ و دوم، وجود بارهای آنیونی قوی روی زنجیره پلیمری که پس از جذب بر سطح نانوالیاف، با ایجاد دافعه الکترواستاتیک بین نانوالیاف مجاور، از نزدیک شدن بیش از حد آن ها و تشکیل پیوندهای هیدروژنی مستقیم و پرتعداد جلوگیری می نماید (۹). پیشینه پژوهش نیز این رویکرد را تأیید می کند. مطالعات پایه ای لویز و

همکاران (۲۰۰۱) نقش CMC را در تثبیت سوسپانسیون های نانوالیاف تأیید کرد (۱۰) و باتچوسا و همکاران (۲۰۱۴) استفاده از افزودنی های مانند CMC را برای بهبود قابلیت پراکندگی مجدد پیشنهاد دادند (۸). تحقیقات بعدی نقش پلی ساکاریدها و همی سلولزها را به عنوان موانع فیزیکی بررسی کردند و به طور کلی مجموعه مطالعات جدیدتر نشان داد که افزودن پلی ساکاریدهای محلول در آب، ضمن تسهیل فیبریلایسیون و کاهش قابل توجه مصرف انرژی، قابلیت پراکندگی مجدد مناسبی ایجاد می کند (۱۱، ۱۲، ۱۳، ۱۴، ۱۵، ۱۶، ۱۷، ۱۸).

مجموعه مسائلی که ضرورت انجام این پژوهش را بیان می کند می توان به سوسپانسیون آبی نانوسلولز با غلظت بسیار پایین اشاره داشت که سبب افزایش قابل توجه هزینه های حمل و نقل و ذخیره سازی می شود. همچنین در بسیاری از صنایع هدف، استفاده مستقیم از سوسپانسیون حاوی آب به دلیل ناسازگاری با ماتریس های غیرآبی غیرممکن یا بسیار دشوار است. از سوی دیگر، روش های پیشرفته خشک کردن فاقد توجیه اقتصادی هستند و روش حرارتی معمولی نیز منجر به پدیده استخوانی شدن می شود؛ بنابراین، هدف این پژوهش، ارائه فرمولاسیونی بهینه با استفاده از افزودنی CMC است که بتواند در حین فرآیند خشک کردن حرارتی معمولی، به صورت فیزیکی یا شیمیایی مانع از ایجاد پیوندهای هیدروژنی مستقیم بین نانوالیاف شده و پدیده استخوانی شدن را به حداقل برساند. دستیابی به چنین فرمولاسیونی، بالقوه می تواند گامی کلیدی و عملی برای رفع موانع صنعتی سازی نانوسلولز و گسترش دامنه کاربردهای تجاری آن محسوب می شود.

مواد و روش ها

مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش به شرح جدول ۱ می باشد.

1- Carboxymethyl cellulose

جدول ۱- نام مواد شیمیایی.

Table 1. The name of chemical material.

ردیف	نام ماده شیمیایی	فرمول شیمیایی	شرکت تولیدکننده	مشخصات
Row	Material name	chemical formula	Company	Characterization
1	ژل نانوالیاف سلولز Cellulose nanofiber gel	[C6H10O5] _n	نانو نوین پلیمر Nano novin polymer	درجه پلیمریزاسیون Degree of polymerization 7000 قطر متوسط Medium diameter 35-55 nm غلظت: ۲ درصد وزن مولکولی Molecular weight 1240.208 (g/mol) درجه استخلاف Degree of succession y=0.54 غلظت: ۱، ۲، ۳، ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد
2	کربوکسی متیل سلولز Carboxymethyl cellulose	[C6H7O2(OH) _x (OCH2COONa) _y] _n	دکتر مجملی Dr Mojalali	

چند عامل متغیر و ثابت در مطالعه حاضر با هدف تولید و ارزیابی خواص نانوسلولز خشک با قابلیت پراکنش مجدد در آب در نظر گرفته شده است. عوامل متغیر مربوط به میزان استفاده از کربوکسی متیل سلولز و اختلاط آن با نانو سلولز بود که با درصدهای ۱، ۲، ۳، ۵، ۱۰ و ۱۵ تدوین گردید. عوامل ثابت نیز نوع ماده اولیه و شرایط خشک کن (دما، فشار و زمان خشک کنی با دستگاه آون) تعیین گردید. تعداد ۷ نمونه با ۳ تکرار در این پژوهش ساخته شد. کدهای اختصاری نمونه‌های ساخته شده به شرح جدول ۲ می‌باشد.

جدول ۲- کدهای اختصاری نمونه‌ها.

Table 2. Sample abbreviations.

ردیف	کدهای اختصاری	تشریح کدهای اختصاری
Row	Abbreviation codes	Explanation of abbreviation codes
1	CNF	نانوالیاف سلولز خالص ۲٪ (هرگز خشک نشده) (Nnever dried) 2% Pure cellulose nanofibers gel
2	CNF1	اختلاط کربوکسی متیل سلولز با نانوالیاف سلولز به میزان ۱٪ - Adding CMC (1%)
3	CNF2	اختلاط کربوکسی متیل سلولز با نانوالیاف سلولز به میزان ۲٪ - Adding CMC (2%)
4	CNF3	اختلاط کربوکسی متیل سلولز با نانوالیاف سلولز به میزان ۳٪ - Adding CMC (3%)
5	CNF5	اختلاط کربوکسی متیل سلولز با نانوالیاف سلولز به میزان ۵٪ - Adding CMC (5%)
6	CNF10	اختلاط کربوکسی متیل سلولز با نانوالیاف سلولز به میزان ۱۰٪ - Adding CMC (10%)
7	CNF15	اختلاط کربوکسی متیل سلولز با نانوالیاف سلولز به میزان ۱۵٪ - Adding CMC (15%)

۱۰ و ۱۵ درصد وزنی در دمای اتاق به سوسپانسیون CNF اضافه نموده و توسط همزن مغناطیسی و مکانیکی به مدت ۱۵ دقیقه مخلوط می‌کنیم تا از توزیع یکنواخت اطمینان حاصل شود. ژل‌های به‌دست‌آمده را در ظروف تفلون ریخته و در آن با دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت قرار دادیم تا خشک شود (شکل ۱).

پس از خشک شدن، نمونه‌ها را توسط آسیاب خرد کرده و به ابعاد حدوداً ۱ تا ۳ میلی‌متر رساندیم (شکل ۲).

جهت ساخت نمونه‌ها ابتدا غلظت ژل نانوالیاف سلولز به میزان ۲ درصد تنظیم گردید. سپس محلولی با غلظت ۲ درصد از کربوکسی‌متیل سلولز (CMC) نیز تهیه گردید. برای تهیه محلول CMC ۲ درصد، ۴۹۵ گرم آب مقطر دیونیزه را تا دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد رسانده و مقدار ۵ گرم پودر کربوکسی‌متیل سلولز را به آن اضافه نمودیم و با همزن مغناطیسی با دور ۴۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه هم زدیم تا CMC کاملاً در آب حل شود. سپس محلول آماده شده CMC را با نسبت‌های ۱، ۲، ۳، ۵،



شکل ۱- نحوه خشک کردن نمونه‌ها.

Figure 1. Drying method of the samples.



شکل ۲- نانوالیاف سلولز آسیاب شده.

Figure 2. Grinding cellulose nanofibers.

۱۶۰۰۰ دور بر دقیقه در مدت زمان ۲ دقیقه برای هر نمونه استفاده کردیم. لازم به ذکر است برای نمونه CNF1 زمانی بالغ بر ۳ دقیقه در نظر گرفته شد تا از برگشت پذیری کامل اطمینان حاصل شود (شکل ۳).

مقدار ۴ گرم از پودر به دست آمده از هر نمونه را با ۱۹۶ گرم آب یونزدایی شده ترکیب نمودیم تا به ۲۰۰ گرم ژل نانوالیاف سلولز ۲ درصد دست یابیم. برای بررسی قابلیت برگشت پذیری و مخلوط کردن نمونه ها از دستگاه هموژنایزر آزمایشگاهی با دور



شکل ۳- نحوه بازپراکنش نانوالیاف سلولز خشک شده.

Figure 3. Re-dispersing of the dried cellulose nanofibers.

$$CrI = \frac{(I - I_a)}{I} \times 100 \quad (1)$$

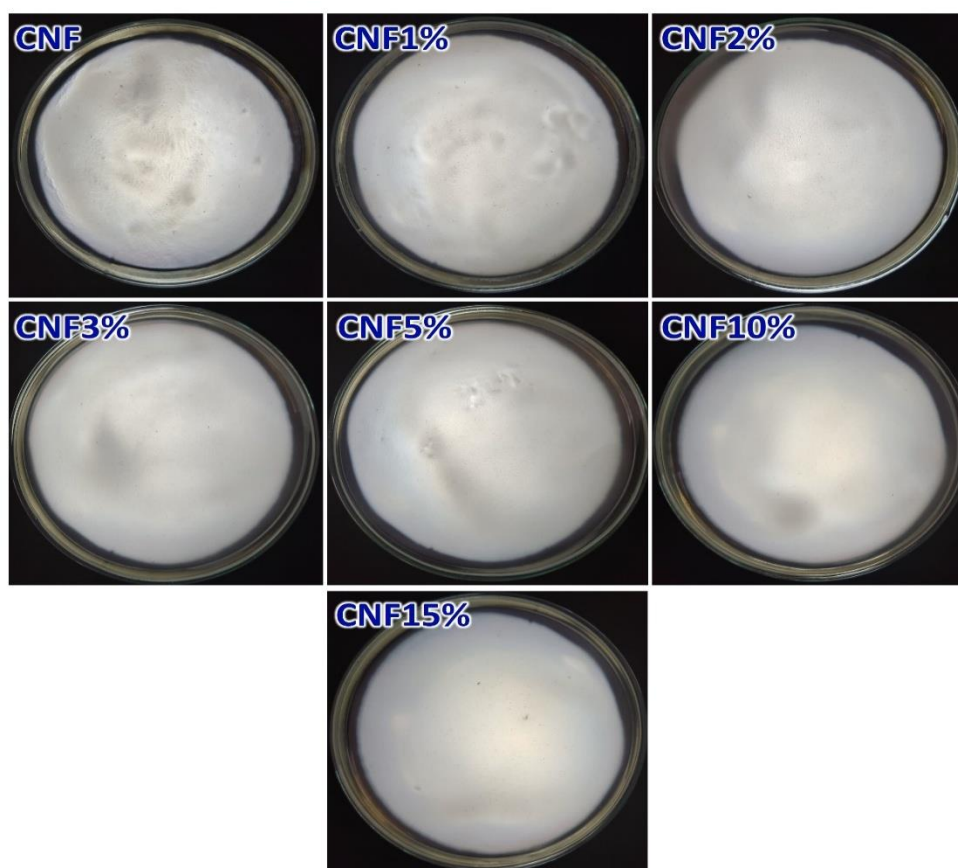
که در آن، CrI درجه کریستالی (%)، I شدت پیک در دو تنای ۲۲/۵ درجه، I_a شدت پیک مربوط به سلولز غیر کریستالی می باشد.

جهت بررسی خواص نمونه های ساخته شده از آزمون های FTIR، XRD، FE-SEM، گرانروی و مقاومت کششی استفاده گردید. همچنین آزمون های کیفی نظیر گرانروی بصری و میزان عبور و پراکنش نوری نیز مورد بررسی قرار گرفت. در آزمون XRD، درجه کریستالی نمونه ها طبق رابطه ۱ محاسبه گردید (۱۹).

نتایج و بحث

شکل ۴ تصاویر حاصل از آزمون نوری بازپراکنش نانوالیاف سلولز به صورت کیفی را نشان می‌دهد. این آزمون با هدف اطمینان کیفی از بازپراکنش کامل نانوالیاف سلولز خشک شده درون آب انجام گرفت. همان‌طور مشاهده می‌شود، هیچ‌گونه ذره‌ای قابل رؤیت

با چشم، درون هیچ‌یک از نمونه‌ها مشاهده نمی‌شود که این امر سطح اطمینان بالایی از تکمیل فرآیند بازپراکنش (دست‌کم بازپراکنش کامل ذرات بزرگ‌تر از ۳۰ میکرون) را نشان می‌دهد.



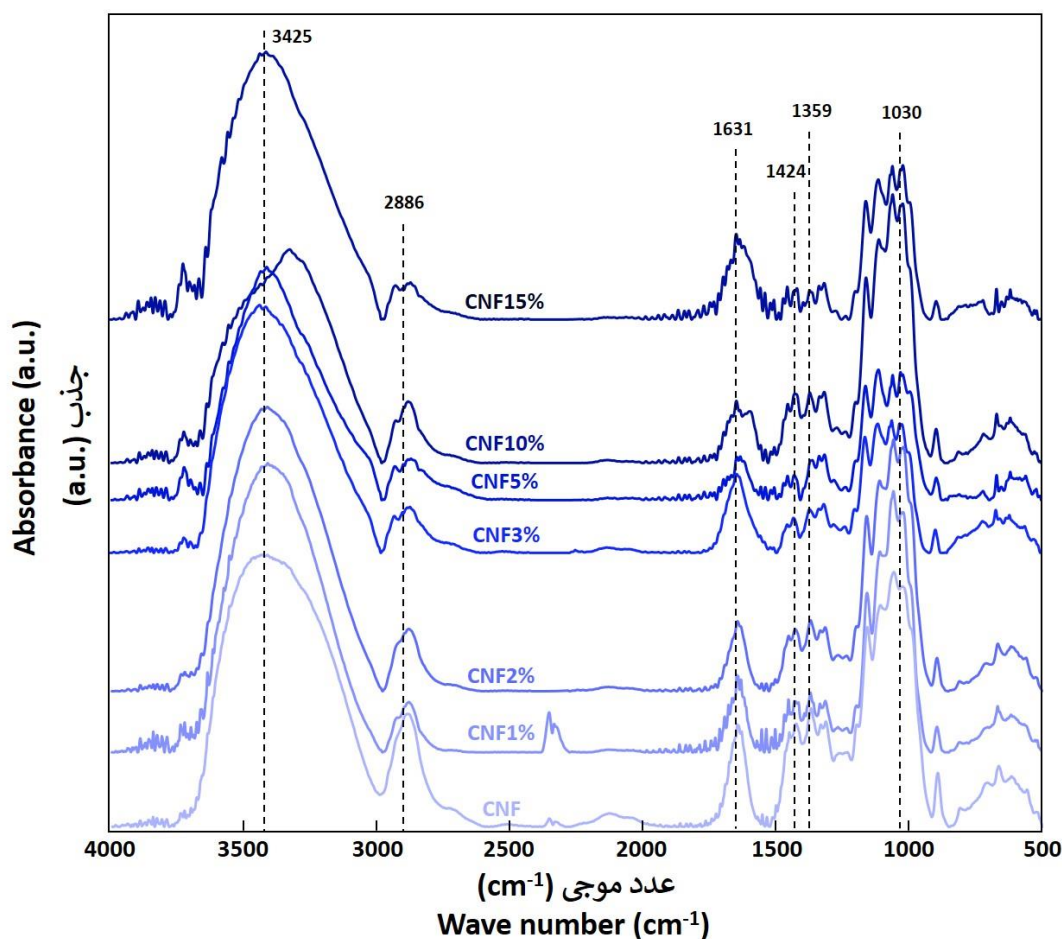
شکل ۴- آزمون نوری بازپراکنش نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%)، ۵ درصد (CNF5%)، ۱۰ درصد (CNF10%) و ۱۵ درصد (CNF15%).
Figure 4. Light re-dispersing test of the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), 5% (CNF5%), 10% (CNF10%), and 15% (CNF15%).

شکل ۵ نمودار آزمون طیف‌سنجی مادون قرمز فوریه (ATR-FTIR) از نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%)، ۵ درصد (CNF5%)، ۱۰ درصد (CNF10%) و ۱۵ درصد

(CNF15%) را نشان می‌دهد. در تحلیل کلی این آزمون، شاهد عدم تغییر قابل به توجه در پیک‌های ظاهر شده در نمونه‌های حاوی CMC نسبت به نمونه شاهد (CNF) می‌باشیم. از آنجایی که هدف، دستیابی به خواص مشابه نانوسلولز شاهد می‌باشد، عدم تغییر پیک‌ها در نمونه‌های حاوی CMC به عنوان اولین

رفتن به سمت اعداد موج بالاتر، پیک‌های مشاهده شده در 2886 cm^{-1} را می‌توان به ارتعاشات کششی CH_2 - متفاوت همه اجزای هیدروکربنی در پلی‌ساکاریدها نسبت داد (۲۲). پیک پهن در محدوده 3332 cm^{-1} را نیز می‌توان به مد کششی O-H مولکول‌های آب و گروه‌های هیدروکسیل در پلی‌ساکاریدها نسبت داد که پیوندهای H درون و بین‌مولکولی بین زنجیره‌های سلولز را تقویت می‌کند (۲۲، ۲۳، ۲۴، ۲۵).

دست‌آورد، نقطه مثبت و امیدوارکننده می‌باشد. تمامی پیک‌های ظاهر شده در این آزمون، نشان از خالص بودن سلولز دارند (۲۰، ۲۱، ۲۲). در بررسی دقیق‌تر، پیک‌های ظاهر شده در دامنه‌های 1026 cm^{-1} ، 1051 cm^{-1} ، 1359 cm^{-1} و 1424 cm^{-1} متعلق به ارتعاشات کششی و خمشی پیوندهای C-O ، C-C ، CH - و CH_2 - در زنجیره سلولز می‌باشند (۲۰، ۲۱). در ادامه، ظهور پیک در دامنه 1631 cm^{-1} را می‌توان به حضور بخش‌های آمیدی (CONH-) نسبت داد (۲۳، ۲۴). با

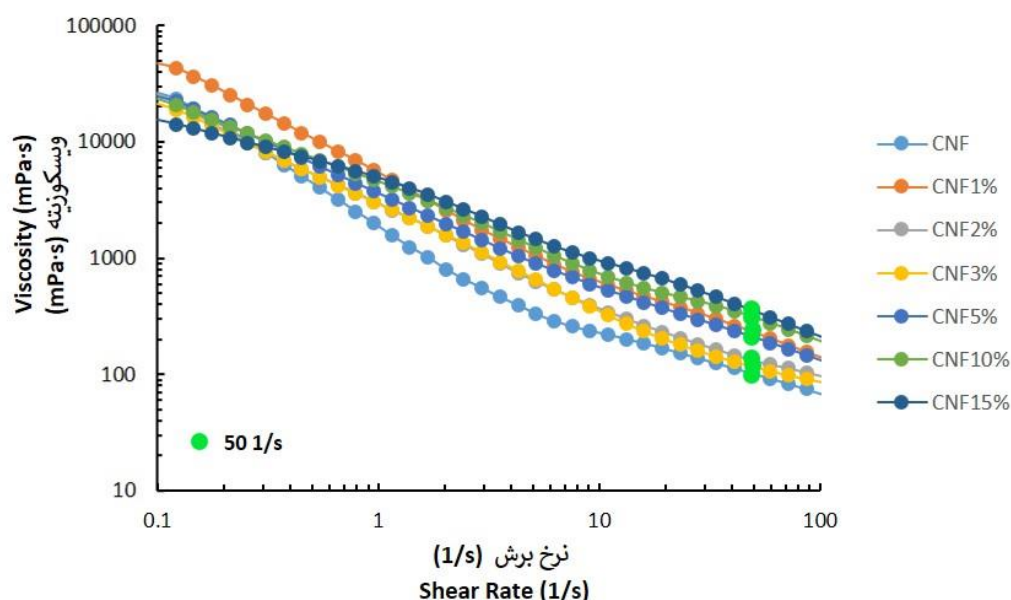


شکل ۵- آزمون طیف‌سنجی مادون‌قرمز فوری از نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%)، ۵ درصد (CNF5%)، ۱۰ درصد (CNF10%) و ۱۵ درصد (CNF15%).

Figure 5. Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) test of the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), 5% (CNF5%), 10% (CNF10%), and 15% (CNF15%).

آسان می‌کند و هم به محصول نهایی اجازه می‌دهد پس از توقف برش، پایداری خود را در کاربردهای مختلف صنعتی حفظ کند. جهت مقایسه دقیق گرانروی بین نمونه‌های مورد آزمون، گرانروی را در نرخ برشی ثابت (۵۰) مورد بررسی قرار دادیم. مقادیر گرانروی در نرخ جریان ۵۰ ثانیه به ترتیب ۱۰۱، ۲۲۹، ۱۳۰، ۱۱۶، ۲۰۸، ۳۰۹ و ۳۵۳ میلی پاسکال-ثانیه (mPa·s) به ترتیب برای نمونه‌های CNF، CNF1%، CNF2%، CNF3%، CNF5%، CNF10% و CNF15% به دست آمد. نتایج نشان داد نزدیک‌ترین ویسکوزیته در بین نمونه‌های حاوی CMC به نمونه شاهد، به ترتیب مربوط به CNF3% و CNF2% بود. به این دلیل فنی و نیز به دلیل حفظ حداکثری بخش نانوسلولز به عنوان جزء اثرگذار اصلی در خواص محصول نهایی، نمونه‌های حاوی ۲ و ۳ درصد CMC به عنوان تیمار بهینه در این آزمون انتخاب شدند.

جهت بررسی گرانروی نمونه‌های بازپراکنش شده، از دستگاه رئومتر با روش آزمون رفتار جریانی (Flow Curve) در بازه نرخ سرعت برش ۰/۱ تا ۱۰۰۰ ثانیه استفاده گردید. شکل ۶ نمودار این آزمون را برای نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%)، ۵ درصد (CNF5%)، ۱۰ درصد (CNF10%) و ۱۵ درصد (CNF15%) نشان می‌دهد. به‌طورکلی شاهد رفتار شبه پلاستیک سوسپانسیون‌ها با کاهش گرانروی در اثر افزایش نرخ برش می‌باشیم. این رفتار ذاتی ناشی از باز شدن گره‌های نانوالیاف و هم‌راستایی زنجیره‌های پلیمر، تحت برش است که منجر به کاهش اصطکاک داخلی می‌شود. این ویژگی از نظر فنی بسیار مطلوب است زیرا هم پردازش پلیمر را

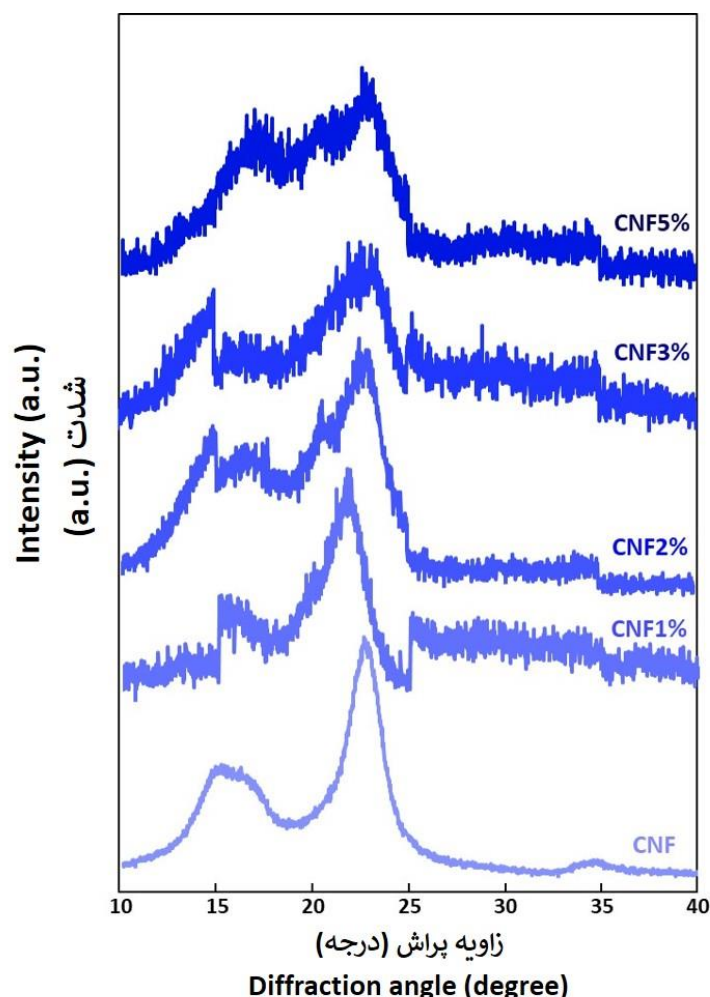


شکل ۶- آزمون رفتار جریانی (Flow Curve) بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%)، ۵ درصد (CNF5%)، ۱۰ درصد (CNF10%) و ۱۵ درصد (CNF15%).

Figure 6. Flow curve (rheological behavior) test on the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), 5% (CNF5%), 10% (CNF10%), and 15% (CNF15%).

می‌توان به خلوص ماده نسبت داد اما با حضور CMC و به تناسب افزایش آن پیک‌ها پهن‌تر شده و نسبت بین پیک‌ها دستخوش تغییراتی شد که می‌تواند به دلیل حضور CMC باشد که یک پلیمر آمورف است. درواقع با افزودن CMC فاز آمورف ترکیب افزایش می‌یابد. محاسبات درجه کریستالی هم نشان می‌دهد درجه کریستالی نانوسلولز خالص ۶۷ درصد بوده و نمونه‌های CNF1%، CNF2%، CNF3% و CNF5% به ترتیب برابر با ۶۴، ۵۹، ۵۳ و ۴۶ درصد بوده است.

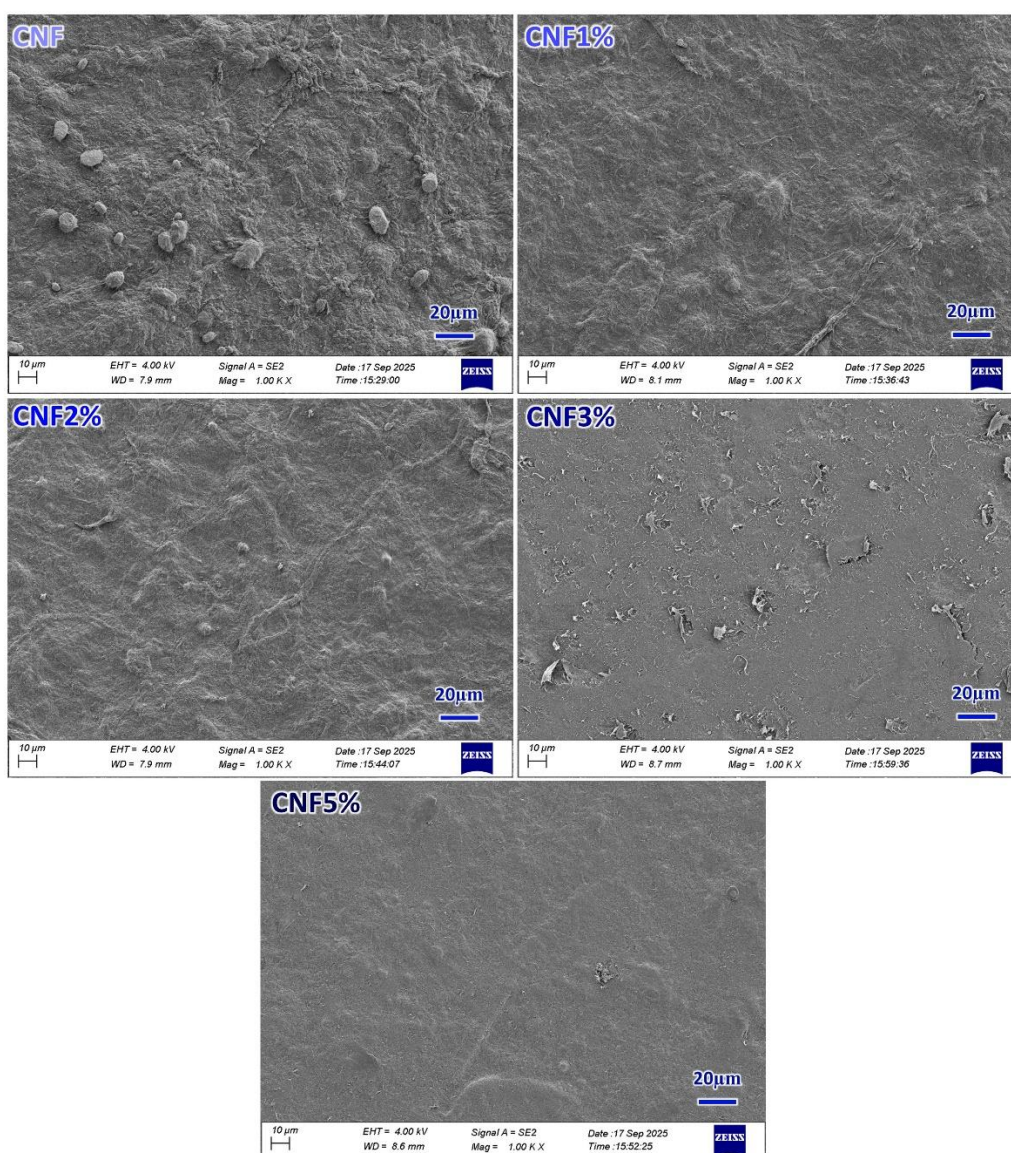
شکل ۷ آزمون طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس (XRD) بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%) را نشان می‌دهد. به‌طورکلی، ظهور ۴ پیک در زوایای ۲ تنای ۱۵/۵، ۱۶/۵، ۲۲/۵ و ۳۴/۵ نشان‌دهنده سلولز نوع یک بتا در تمامی نمونه‌ها می‌باشد. پیک‌های منحنی نانوسلولز خالص مشخص‌تر و تیزتر از سایر نمونه‌ها بوده است که



شکل ۷- آزمون طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس از نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%).
Figure 7. X-ray diffraction (XRD) spectroscopy test of the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), and 5% (CNF5%).

۱۰۰۰ برابر نشان می‌دهد. همان‌طور که در تصاویر مشاهده می‌شود، CMC به‌عنوان یک عامل پرکننده در بین فضاهای خالی بین نانوالیاف و همچنین سطح نانوالیاف نفوذ کرده و پوشش داده است (۱۱، ۲۶، ۲۷، ۲۸). با افزایش نسبت استفاده از CMC، این پوشش پررنگ شده و سطح صاف‌تری ایجاد می‌کند.

شکل ۸ آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان (FE-SEM) بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%) را در بزرگنمایی

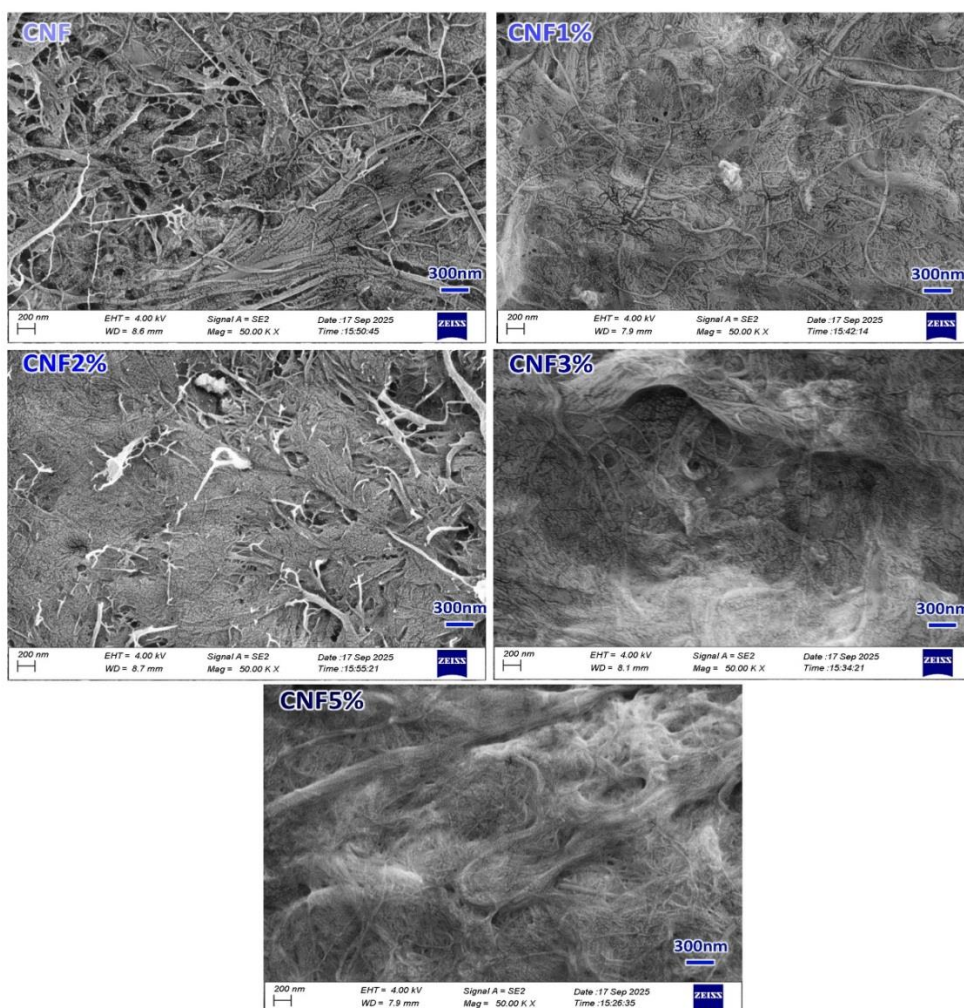


شکل ۸- آزمون میکروسکوپ الکترونی بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%) را در بزرگنمایی ۱۰۰۰ برابر.

Figure 8. FE-SEM test on the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), and 5% (CNF5%) at 1000× magnification.

گردید. از طرفی این تصاویر نشان می‌دهند نانوالیاف سلولز درون‌پوششی از CMC قرارگرفته که در اثر خیس شدن مجدد و به دلیل انحلال CMC و جاری شدن آن، نانوالیاف سلولز نیز از جای خود حرکت کرده و در محیط آبی مجدد بازپراکنش پیدا می‌کنند. بررسی تعداد ۵۰ عدد نانوفیبر هم نشان داده متوسط قطری آن‌ها 32 ± 10 نانومتر می‌باشد. بررسی‌های کیفی از این ریزنگارها هم نشان می‌دهد نانوفیبرها توزیع مناسبی در CMC داشته و به‌طور یکنواخت در آن پخش شده‌اند.

شکل ۹ نیز آزمون میکروسکوپ الکترونی بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%) را در بزرگنمایی ۵۰۰۰۰ برابر نشان می‌دهد. در نمونه شاهد بدون CMC، نانوالیاف سلولز به‌وضوح قابل‌مشاهده بوده متاهی در نمونه‌های حاوی CMC به دلیل کپسوله شدن نانوالیاف توسط CMC به‌وضوح قابل‌رؤیت نیستند. این پدیده با افزایش میزان CMC تشدید

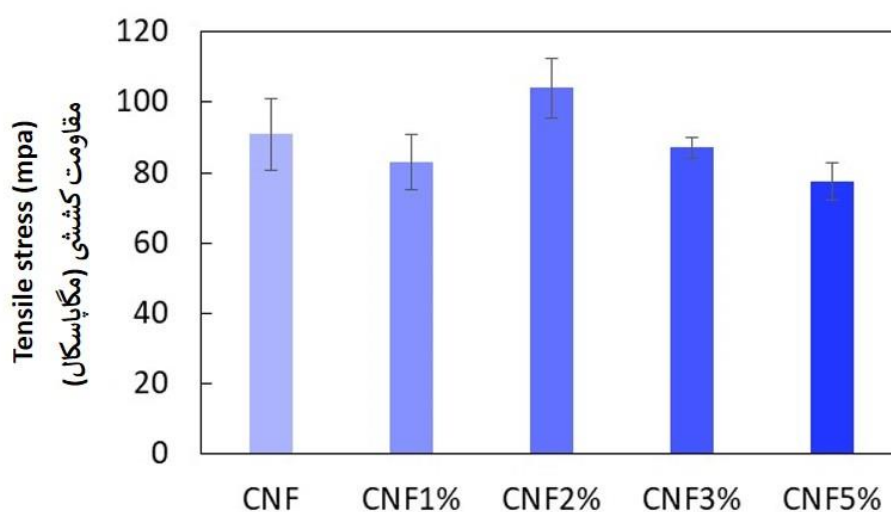


شکل ۹- آزمون میکروسکوپ الکترونی بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%) را در بزرگنمایی ۵۰۰۰۰ برابر.

Figure 9. FE-SEM test on the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), and 5% (CNF5%) at 50,000× magnification.

افزایش سهم CMC در ترکیب، با دو عامل اثرگذار در مقاومت شامل افزایش سهم CMC با مقاومت کم‌تر از نانوسلولز و افزایش شبکه پیوندهای هیدروژنی روبرو هستیم. عامل اول سبب کاهش مقاومت و عامل دوم سبب افزایش مقاومت می‌گردد. در نهایت و در این مطالعه این دو عامل اثر همدیگر را تقریباً خنثی نموده و شاهد تغییرات معنی‌دار در مقاومت کششی نبودیم. عدم تغییرات زیاد در مقاومت مکانیکی نمونه حاوی CMC می‌تواند خیلی نویدبخش باشد چرا که هم توانستیم نانوسلولز خشک با قابلیت بازپخش مجدد در آب تولید نماییم و هم این فرآیند اثر منفی بر مقاومت مکانیکی محصول نگذاشته است.

شکل ۱۰ مقادیر آزمون مقاومت کششی از نمونه‌های فیلم نانوالیاف سلولز شاهد (CNF) و نانوکامپوزیت نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%) و ۵ درصد (CNF5%) را نشان می‌دهد. به‌طور کلی، با آنالیز آماری (سطح اطمینان ۹۵ درصد) تفاوت معناداری بین مقاومت‌های کششی حاصل از نمونه شاهد با نمونه‌های حاوی CMC به‌جز CNF5% مشاهده نشد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که افزودن CMC تغییرات چندانی در مقاومت کششی نانوالیاف نمونه‌های با ویژگی‌های رئولوژی (مطابق شکل ۱۰) نزدیک به نمونه شاهد نداشت. در واقع اینجا با



شکل ۱۰- آزمون مقاومت کششی بر روی نمونه‌های نانوالیاف سلولز شاهد (CNF)، نانوالیاف سلولز حاوی کربوکسی‌متیل سلولز با نسبت‌های ۱ درصد (CNF1%)، ۲ درصد (CNF2%)، ۳ درصد (CNF3%)، ۵ درصد (CNF5%)، ۱۰ درصد (CNF10%) و ۱۵ درصد (CNF15%).

Figure 10. Tensile strength test on the control cellulose nanofibers (CNF) and cellulose nanofibers containing CMC at ratios of 1% (CNF1%), 2% (CNF2%), 3% (CNF3%), 5% (CNF5%), 10% (CNF10%), and 15% (CNF15%).

خشک‌کردن حرارتی، طراحی و اجرا شد. رویکرد اصلی، استفاده از یک راه‌حل مقرون‌به‌صرفه و صنعتی با بهره‌گیری از افزودنی کربوکسی‌متیل سلولز (CMC) برای تولید نانوسلولز خشک با قابلیت بازپراکنش

نتیجه‌گیری

این پژوهش با هدف غلبه بر یکی از چالش‌های جدی تجاری‌سازی نانوسلولز، یعنی پدیده خشک شدن و از دست دادن قابلیت پراکنش مجدد در اثر

مطلوب در آب بود. یافته‌های این تحقیق به‌وضوح نشان می‌دهد که این استراتژی نه تنها مؤثر بوده، بلکه نمونه‌های بهینه‌شده خواصی بسیار مشابه با نانوسلولز اولیه (هرگز خشک نشده) از خود نشان می‌دهند.

نتایج به‌دست آمده از آزمون‌های مختلف نشان داد که افزودن کربوکسی‌متیل سلولز، سبب ایجاد ممانعت فضایی (Steric hindrance) بین نانوالیاف سلولز در فرآیند خشک‌کنی شده بنابراین تا حد بالایی مانع از تشکیل پیوندهای هیدروژنی بین نانوالیاف سلولز شدند. در همین راستا، تصاویر FE-SEM به‌وضوح نشان می‌دهند که CMC در فضاها بین الیافی و روی سطح نانوالیاف رسوب کرده و آن‌ها را پوشش می‌دهد. این پوشش، یک مانع فیزیکی-شیمیایی ایجاد می‌کند که از تشکیل پیوندهای هیدروژنی مستقیم و برگشت‌ناپذیر بین نانوالیاف مجاور در حین فرآیند خشک‌کردن جلوگیری می‌نماید. این مکانیسم، می‌تواند به‌عنوان یکی از دلایل اصلی موفقیت‌آمیز بودن بازپراکنش تمامی نمونه‌های حاوی CMC باشد. هم‌چنین نتایج ATR-FTIR نشان داد که این فرآیند هیچ تغییر شیمیایی نامطلوبی در ساختار نانوسلولز ایجاد نکرده است. داده‌های حاصل از آزمون‌های رئولوژی، کشش و پراش اشعه ایکس (XRD) به‌خوبی نشان می‌دهند که نمونه‌های بهینه‌شده با CMC تا چه حد به نمونه شاهد (CNF) نزدیک هستند. آزمون رئولوژی مشخص کرد که نمونه‌های CNF2% و CNF3% نزدیک‌ترین رفتار جریانی و مقدار ویسکوزیته را به نمونه شاهد دارند. این نشان می‌دهد که شبکه نانوالیافی پس از خشک‌کردن و بازپراکنش تا حد زیادی بازسازی شده است. از منظر مقاومت کششی نیز، با آنالیز آماری در سطح اطمینان ۹۵٪، تفاوت معنی‌داری بین نمونه شاهد و نمونه‌های حاوی CMC مشاهده نشد. این یافته‌ای بسیار کلیدی است، چرا که ثابت می‌کند فرآیند خشک‌کردن با حضور

CMC به ساختار و استحکام ذاتی نانوالیاف آسیبی نزده است. نمونه‌های CNF2% و CNF3% مجدداً نزدیک‌ترین مقادیر عددی را به نمونه شاهد نشان دادند. هم‌چنین، الگوهای XRD وجود ساختار کریستالی سلولز نوع I را در تمام نمونه‌ها تأیید کرد.

با این حال، نتایج نشان داد که افزایش غلظت CMC تا مقداری بهینه منجر به کاهش دلمه شدن نانوسلولز بدون تأثیرگذاری بر دیگر خواص آن می‌شود. درحالی‌که همه نمونه‌های حاوی CMC قابلیت بازپراکنش را داشتند، اما افزایش غلظت CMC تا ۱۰ و ۱۵٪ منجر به تغییرات نامطلوب در برخی خواص شد. به‌عنوان مثال، ویسکوزیته این نمونه‌ها به‌طور غیرمعمولی افزایش یافت که می‌تواند ناشی از اثر غلظتی خود CMC و افزایش برهمکنش‌های زنجیره‌های پلیمری آن باشد. این موضوع اهمیت وجود یک نقطه بهینه را نشان می‌دهد. بر اساس داده‌های جامع، نمونه CNF2% در این پژوهش، به‌عنوان نمونه بهینه معرفی می‌شود، چرا که در عین حفظ قابلیت بازپراکنش عالی، بیش‌ترین شباهت را از نظر ویسکوزیته، مقاومت کششی، ساختار کریستالی و مورفولوژی به نانوسلولز اولیه دارد.

این پژوهش به‌طور موفقیت‌آمیزی نشان داد که استفاده از کربوکسی‌متیل سلولز به‌عنوان یک افزودنی پراکنده‌ساز و لوبریکانت، راهکاری عملی، مؤثر و مقرون‌به‌صرفه برای تولید نانوسلولز خشک با قابلیت پراکنش مجدد در آب است. فرمولاسیون بهینه (CNF2%) این امکان را فراهم می‌کند تا از مزایای بی‌بدیل خشک‌کردن حرارتی (سادگی، سرعت، مقیاس‌پذیری و هزینه پایین) بهره برد، بدون آن‌که قربانی عیب بزرگ آن (دلمه شدن و از دست‌دادن خواص) شویم. به عبارت دیگر، از جمله دستاوردهای پژوهش می‌توان به مواردی نظیر ۱. رفع مانع لجستیکی (تبدیل نانوسلولز از یک سوسپانسیون

بالقوه صنعتی (این فناوری نیاز به سرمایه‌گذاری سنگین روی دستگاه‌های خشک‌کن پیشرفته (مانند خشک‌کن انجمادی) را مرتفع ساخته و مسیر را برای استفاده صنعتی از نانوسلولز در کامپوزیت‌ها، بسته‌بندی، رنگ‌ها و سایر صنایع هموار می‌سازد) اشاره داشت.

حجیم و پرحجم به یک پودر خشک و فشرده که هزینه‌های حمل‌ونقل و ذخیره‌سازی را به شدت کاهش می‌دهد، ۲. حفظ خواص کلیدی (محصول نهایی (نانوسلولز بازپراکنش‌شده) از نظر ویسکوزیته، استحکام مکانیکی، ساختار شیمیایی و ریخت‌شناسی، کاملاً با نمونه اولیه قابل قیاس است) و ۳. ارائه یک راه‌حل

منابع

1. Yousefi, H., Mashkour, M., & Yousefi, R. (2015). Direct solvent nanowelding of cellulose fibers to make all-cellulose nanocomposite. *Cellulose*. 22, 1189-1200.
2. Kaffashsaie, E., Yousefi, H., Nishino, T., Matsumoto, T., Mashkour, M., Madhoushi, M., & Kawaguchi, H. (2021). Direct conversion of raw wood to TEMPO-oxidized cellulose nanofibers. *Carbohydrate Polymers*. 262, 117938.
3. Jamali, A., Yousefi, H., Mashkour, M., & Khazaeian, A. (2024). Fabrication and evaluation of Respiratory Filter adsorbent media properties using Wood-driven Cellulose Nanofibers. *Journal of Wood and Forest Science and Technology*. 31(1), 121-142. [In Persian]
4. Jamali, A., Yousefi, H., Mashkour, M., Severtson, S. J., Dufresne, A., & Kumar, P. (2024). Scalable pilot production of highly efficient 5-ply respiratory masks enhanced by bacterial cellulose nanofibers. *International Journal of Biological Macromolecules*. p. 135354.
5. Amiri Moghaddam, Y., Yousefi, H., Tabarsa, T., Mashkour, M., Kaffashsaei, E., & Jamali, A. (2025). Green multi-density fibreboards bound with mechanically processed wood nanofibers derived from industrial residues. *Wood Material Science & Engineering*. Pp: 1-11.
6. Jamali, A., Yousefi, H., Mashkour, M., Severtson, S. J., Dufresne, A., & Kumar, P. (2025). Fog Spraying Deposition of Wood Cellulose Nanofibers Containing Tert-Butanol on Tissue Paper for Air Filtration. *CLEAN-Soil, Air, Water*. 53(12), e70059.
7. Sungsinchai, S., Niamnuy, C., Wattanapan, P., Charoenchaitrakool, M., & Devahastin, S. (2022). Spray drying of non-chemically prepared nanofibrillated cellulose: Improving water redispersibility of the dried product. *International Journal of Biological Macromolecules*. 207, 434-442.
8. Butchosa, N., & Zhou, Q. (2014). Water redispersible cellulose nanofibrils adsorbed with carboxymethyl cellulose. *Cellulose*. 21:, 4349-4358.
9. Liimatainen, H., Haavisto, S., Haapala, A., & Niinimäki, J. (2009). Influence of adsorbed and dissolved carboxymethyl cellulose on fiber suspension dispersing, dewaterability, and fines retention. *BioResources*. 4(1).
10. Lowys, M. P., Desbrieres, J., & Rinaudo, M. (2001). Rheological characterization of cellulosic microfibril suspensions. Role of polymeric additives. *Food Hydrocolloids*. 15(1), 25-32.
11. Hu, L., Xu, W., Gustafsson, J., Koppolu, R., Wang, Q., Rosqvist, E., Sundberg, A., Peltonen, J., Willför, S., & Toivakka, M. (2022). Water-soluble polysaccharides promoting production of redispersible nanocellulose. *Carbohydrate Polymers*. 297, 119976.
12. Huntington, B., Pitcher, M. L., & Sheikhi, A. (2022). Nanoengineering the redispersibility of cellulose nanocrystals. *Biomacromolecules*. 24(1), 43-56.
13. Nordenström, M., Kaldéus, T., Erlandsson, J., Pettersson, T., Malmstrom, E., & Wågberg, L. (2021). Redispersion

- strategies for dried cellulose nanofibrils. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 9(33), 11003-11010.
14. Priya, G., Narendrakumar, U., & Manjubala, I. (2019). Thermal behavior of carboxymethyl cellulose in the presence of polycarboxylic acid crosslinkers. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 138, 89-95.
15. Nongnual, T., Butprom, N., Boonsang, S., & Kaewpirom, S. (2024). Citric acid crosslinked carboxymethyl cellulose edible films: A case study on preserving freshness in bananas. *International Journal of Biological Macromolecules*. 267, 131135.
16. Albornoz-Palma, G., Ching, D., Valerio, O., Mendonça, R. T., & Pereira, M. (2020). Effect of lignin and hemicellulose on the properties of lignocellulose nanofibril suspensions. *Cellulose*. 27(18), 10631-10647.
17. Sorvari, A., Saarinen, T., Haavisto, S., Salmela, J., Vuoriluoto, M., & Seppälä, J. (2014). Modifying the flocculation of microfibrillated cellulose suspensions by soluble polysaccharides under conditions unfavorable to adsorption. *Carbohydrate polymers*. 106, 283-292.
18. Giovanini de Lima, R., Nascimento, D. M. e. d., Portugal, R. V., & Bernardes, J. S. (2025). Improving Redispersibility of Nanocellulose via Interaction with Arginine. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*.
19. Segal, L., Creely, J. J., Martin Jr, A., & Conrad, C. (1959). An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile research journal*. 29(10):, 786-794.
20. Fackler, K., Stevanic, J. S., Ters, T., Hinterstoisser, B., Schwanninger, M., & Salmén, L. (2011). FT-IR imaging microscopy to localise and characterise simultaneous and selective white-rot decay within spruce wood cells.
21. Xu, F., Yu, J., Tesso, T., Dowell, F., & Wang, D. (2013). Qualitative and quantitative analysis of lignocellulosic biomass using infrared techniques: a mini-review. *Applied energy*. 104, 801-809.
22. Hospodarova, V., Singovszka, E., & Stevulova, N. (2018). Characterization of cellulosic fibers by FTIR spectroscopy for their further implementation to building materials. *American journal of analytical chemistry*. 9(6), 303-310.
23. Paladini, G., Venuti, V., Crupi, V., Majolino, D., Fiorati, A., & Punta, C. (2021). 2D correlation spectroscopy (2D CoS) analysis of temperature-dependent FTIR-ATR spectra in branched polyethyleneimine/TEMPO-oxidized cellulose nano-fiber xerogels. *Polymers*. 13(4), 528.
24. Hua, K., Rocha, I., Zhang, P., Gustafsson, S., Ning, Y., Strømme, M., Mihranyan, A., & Ferraz, N. (2016). Transition from bioinert to bioactive material by tailoring the biological cell response to carboxylated nanocellulose. *Biomacromolecules*. 17(3), 1224-1233.
25. Paladini, G., Venuti, V., Crupi, V., Majolino, D., Fiorati, A., & Punta, C. (2020). FTIR-ATR analysis of the H-bond network of water in branched polyethyleneimine/ TEMPO-oxidized cellulose nano-fiber xerogels. *Cellulose*. 27, 8605-8618.
26. Butchosa, N., & Zhou, Q. (2014). Water redispersible cellulose nanofibrils adsorbed with carboxymethyl cellulose. *Cellulose*. 21(6), 4349-4358.
27. Naderi, A., Lindström, T., Sundström, J., & Flodberg, G. (2015). Can redispersible low-charged nanofibrillated cellulose be produced by the addition of carboxymethyl cellulose? *Nordic Pulp & Paper Research Journal*. 30(4), 568-577.
28. Xu, Y., Xu, Y., Chen, H., Gao, M., Yue, X., & Ni, Y. (2022). Redispersion of dried plant nanocellulose: A review. *Carbohydrate Polymers*. 294, 119830.

