

Aleksandra Bogdan*, Jerzy Myalski, Jakub Wieczorek, Mateusz Koziol

Politechnika Śląska, Katedra Technologii Stopów Metali i Kompozytów, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice, Poland

** Corresponding author. E-mail: aleksandra.bogdan@polsl.pl*

Otrzymano (Received) 06.02.2009

WPŁYW OBRÓBKİ CHEMICZNEJ WODNYM ROZTWOREM $Mg(OH)_2$ NA STRUKTURĘ ORAZ WŁAŚCIWOŚCI WYTRZYMAŁOŚCIOWE WŁÓKIEN JUTY PRZEZNACZONYCH DO WYTWARZANIA KOMPOZYTÓW POLIMEROWYCH

W ostatnich latach zwrócono szczególną uwagę na materiały przyjazne dla środowiska. W przypadku materiałów kompozytowych zbrojonych włóknem szklanym alternatywę mogą stanowić włókna naturalne, które posiadają wiele zalet, takich jak: niska gęstość, niska cena, dostępność, degradowalność oraz w miarę dobre właściwości wytrzymałościowe. Na właściwości włókien, a tym samym na właściwości gotowego kompozytu, ma wpływ ich budowa oraz udział składników strukturalnych. Wzrost właściwości wytrzymałościowych można uzyskać na drodze modyfikacji powierzchni włókien metodami fizycznymi lub chemicznymi. Praca dotyczy analizy zmian zachodzących w włóknie juty pod wpływem obróbki chemicznej. Wpływ modyfikacji został określony na podstawie zmian wytrzymałości pojedynczego włókna oraz zmian kąta skręcenia włókien w przędzy. W badaniach zastosowano obróbkę chemiczną włókien wodnym roztworem wodorotlenku magnezu o stężeniach 5, 15 i 30%. Włókna przetrzymywano w roztworze od 0,5 do 8 h. Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że zastosowana obróbka korzystnie wpływa na właściwości wytrzymałościowe włókien oraz powoduje wzrost ich kąta skręcenia w przędzy. Najlepsze rezultaty uzyskano podczas trawienia włókna 15% roztworem $Mg(OH)_2$ przez 1 h.

Słowa kluczowe: włókna naturalne, obróbka alkaliczna, zależność struktura - właściwości, właściwości mechaniczne, kompozyty zbrojone włóknami naturalnymi

INFLUENCE OF CHEMICAL TREATMENTS FOR STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF JUTE FIBRES USED FOR POLYMER - MATRIX COMPOSITE PRODUCING

Nowadays polymer-matrix composites play essential role as structural materials, what leads to increase in waste products. Exploited composite materials create serious problem for natural environment. Environment protection against wasted composites contains an improvement of their removal process. In recent years particular attention is paid to materials friendly for natural environment. In composite materials glass fibers can be replaced by natural fibers because of their advantages such as: low density, low price, good mechanical properties, accessibility and degradation. Properties of natural fibers, and properties of their composites, depend on their structure and volume fraction of structural phase. Increase in mechanical properties of the fibers can be achieved as effect of surface modification.

This paper apply to analysis of changes proceeded in jute fiber as effect of chemical treatment. In order to enhance mechanical properties physical and chemical treatment were applied. Physical methods, such as stretching, calandring, thermo-treatment, and the production of hybrid yarns do not change the chemical composition of the fibres. Physical treatments change structural and surface poperties of the fibre and thereby influence the mechanical bondings to polymers. Chemical modification method are mercerization, graft copolymerization or treatment with isocyanates. Chemical methods lead to ocuring of new compounds, which increase an adhesion between fibres and polymer matrix. Influence of chemical treatment was determined on the basis of changes of mechanical properties of single fibers and variation of spiral angle of jute yarn. In this research jute fibers were treated with alkaline solution $Mg(OH)_2$, concentration 5%, 15% and 30%. The fibers were treated with each alkaline solution for 0.5, 1, 2, 3, 4, 6, and 8 hours. The mechanical properties of jute fibers were tested on ZWICK/Z 2,5 machine. Profilograph MICRO PROF FRT was used to investigate the changes of spiral angle in jute fibers. This study proves that the process of alkalization improves mechanical properties of jute fibers. Chemical treatment have an effect on changes of spiral angle of jute fibers too. During mercerization, swelling of native cellulosic materials in the alkali solution, wich is the main polymorphic modification of cellulose, causes a rearrangement of the crystal packing of chains from native cellulose I to cellulose II. The best result has been received for 15% $Mg(OH)_2$ solution for one hour. The investigations are only a part of a research concerning manufacture technology of polymer-matrix composite materials.

Keywords: natural fibres, alkali treatment, structure - properties relationship, mechanical properties, natural fiber composites

WPROWADZENIE

Obecnie kompozyty o osnowie polimerowej odgrywają istotną rolę jako materiały konstrukcyjne. Wiąże

się to ze wzrostem odpadów kompozytowych, powstających zarówno przy wytwarzaniu, jak i w czasie de-

gradacji gotowych elementów [1]. Zużyte wyroby kompozytowe stanowią poważne obciążenie dla środowiska naturalnego. Ochrona środowiska przed odpadami kompozytowymi polega na usprawnieniu procesów ich likwidacji.

W ostatnich latach zwrócono uwagę na przyjazne dla środowiska polimery oraz kompozyty naturalne ze względu na ekologiczność ich produkcji oraz degradowalność [2]. Ekologiczną alternatywę dla materiałów kompozytowych zbrojonych włóknem szklanym mogą stanowić materiały naturalne takie jak: len, sisal, juta, bawełna, agawa lub kokos. Możliwość zastąpienia włókien szklanych włóknami naturalnymi wynika z następujących cech: niska cena (0,35 \$/kg), niska gęstość ($1,2 \div 1,5 \text{ g/cm}^3$), dostępność, odnawialność, biodegradowalność, w miarę dobre właściwości mechaniczne [5, 6]. Wybór rodzaju zastosowanego włókna jako wzmocnienia zależy od tego, jakie właściwości ma posiadać gotowy kompozyt. Przy doborze rodzaju zbrojenia należy ponadto uwzględnić następujące właściwości: wydłużenie, wytrzymałość, termostabilność, adhezję włókien i osnowy oraz koszt wytworzenia wyrobu.

W przypadku włókien naturalnych na zbrojenie kompozytu stosuje się włókna celulozowe, łądogowe, tj.: jutę, len, konopie [3]. Najczęściej stosowanym włóknem naturalnym do zbrojenia kompozytów polimerowych jest włókno juty ze względu na swą niską cenę oraz dość dobre właściwości wytrzymałościowe. Ma ono złożoną budowę strukturalną - jest zbudowane głównie z celulozy ($58 \div 63\%$), hemicelulozy ($20 \div 22\%$) oraz ligniny ($12 \div 15\%$) [6]. Celuloza (faza krystaliczna) pełni rolę wzmocnienia i decyduje o właściwościach wytrzymałościowych włókna. Natomiast hemiceluloza i lignina (fazy amorficzne) stanowią rodzaj osnowy. Pojedyncze włókno juty zawiera długie łańcuchy cząstek celulozy powiązane ze sobą za pomocą ligniny oraz hemicelulozy [8]. Oprócz tego może ono zawierać śladowe ilości pektyny, wosków oraz innych zanieczyszczeń.

Na właściwości włókna, a tym samym na właściwości gotowego kompozytu, wpływa udział poszczególnych składników oraz ich budowa (kąt skręcenia mikrofibrilli). Stwierdzono [3, 5, 6, 8], że im większy udział celulozy w włóknie oraz im mniejszy kąt skręcenia, tym lepsze właściwości wytrzymałościowe. Wzrost własności wytrzymałościowych można uzyskać na drodze modyfikacji powierzchni włókien metodami fizycznymi

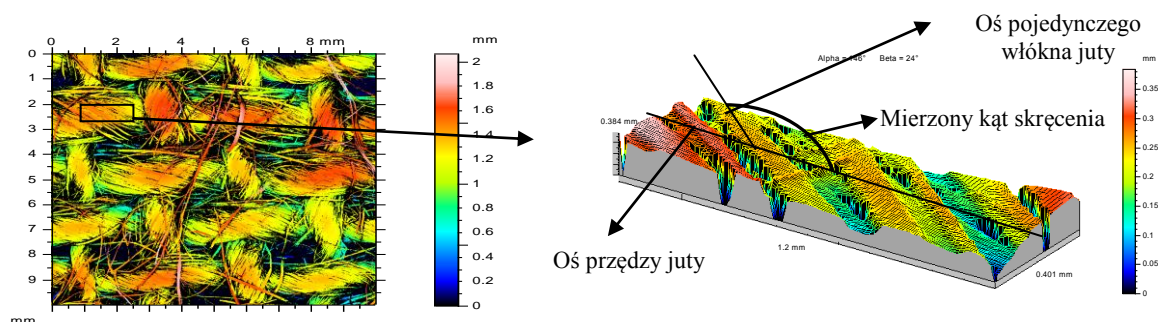
bądź chemicznymi [7]. Fizyczne metody obróbki włókien naturalnych polegają na rozciąganiu, kalandrowaniu lub wygrzewaniu. Do chemicznych metod obróbki zaliczamy pokrywanie powierzchni włókien środkami powierzchniowo czynnymi (silany, związki toluenu, octan winylu) oraz obróbkę wodnymi roztworami mocnych zasad, tzw. alkalizację.

Celem pracy jest analiza wpływu obróbki chemicznej na zmianę właściwości wytrzymałościowych oraz kąta skręcenia włókien. Na podstawie badań określono wpływ zarówno parametrów procesów trawienia, jak i kąta skręcenia na wartości siły niszczącej.

BADANIA EKSPERYMENTALNE

Do realizacji eksperymentu użyto włókien juty wyciągniętych z tkaniny o gramaturze 350 g/m^2 firmy Lentex, Pabianice o długości 210 mm. Na podstawie danych literaturowych [3, 5-7] do obróbki chemicznej włókien wytypowano wodny roztwór wodorotlenku magnezu o różnych stężeniach: 5, 15 i 30%. Włókna przetrzymywano w roztworach od 0,5 do 8 h. Proces prowadzono w temperaturze pokojowej. Włókna po wytrawieniu w zasadach były płukane w wodzie destylowanej, następnie neutralizowane w zakwaszonym 1% roztworze HCl, aby usunąć pozostałości wodorotlenków. Po neutralizacji wykonywano ponowne płukanie w wodzie destylowanej oraz suszenie włókien w temperaturze 100°C przez 24 h. Tak zaproponowany proces obróbki miał na celu określenie optymalnych stężeń i czasów trawienia (obróbki), zapewniających najkorzystniejsze właściwości wytrzymałościowe, oraz zmian struktury włókien (kąta skręcenia) pod wpływem obróbki. Oceny wpływu procesów trawienia dokonano na podstawie badań wytrzymałości na rozciąganie włókien oraz badań powierzchni włókien pod kątem ich skręcenia w przędzy.

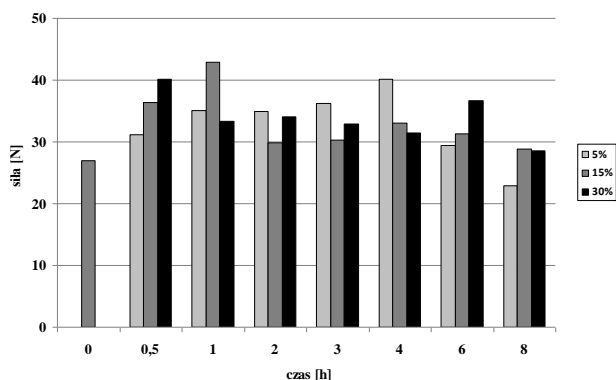
Badania wytrzymałościowe przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej ZWICK/ Z 2,5 przy zakresie obciążenia 300 N i prędkości odkształcenia wynoszącej 1 mm/min. Badania powierzchni włókien przeprowadzono na profilografometrze MICRO PROF FRT z dokładnością 0,01 mm. Wyznaczono średni kąt skręcenia włókien (wartość średnia z 3 pomiarów) na obszarze $0,4 \times 1,2 \text{ mm}$ (rys. 1).



Rys. 1. Zasady pomiaru kąta skręcenia włókien na profilografometrze MICRO PROF FRT

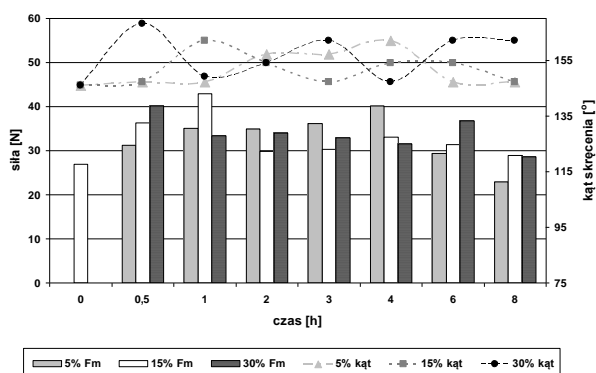
Fig. 1. Rules of measurement of spiral angle of jute fibers (profilograph MICRO PROF FRT)

Pomiary przeprowadzono na obszarach znajdujących się pomiędzy poszczególnymi splotami, których wartość izotropii sięgała poniżej 20% (materiał anizotropowy). Wyniki badań siły niszczącej pojedyncze włókno (wartość średnia dla 20 włókien) przedstawiono na rysunku 2. Otrzymane wyniki kąta skręcenia włókien przedstawiono na rysunku 3



Rys. 2. Wartości sił rozciągających po obróbce w roztworze $Mg(OH)_2$ o różnym stężeniu i czasie trawienia

Fig. 2. Value of tensile forces after chemical treatment of different concentration and process time of $Mg(OH)_2$



Rys. 3. Zmiana kąta skręcenia i wytrzymałości włókien dla różnych stężeń i czasów trawienia roztworem $Mg(OH)_2$

Fig. 3. Variation of spiral angel and mechanical properties for different concentration and time of alkalization process

ANALIZA WYNIKÓW

Podjęte w pracy badania miały na celu określenie zmian zachodzących w włóknie pod wpływem obróbki chemicznej. Wpływ obróbki chemicznej został określony na podstawie wytrzymałości pojedynczego włókna. Określono również stopień zmian w włóknie pod wpływem obróbki na podstawie badań pomiarów kąta ułożenia włókien w przędzy. W badaniach zastosowano obróbkę chemiczną roztworem wodnym $Mg(OH)_2$ o różnym stężeniu i różnych czasach trawienia.

Z przeprowadzonych badań wynika, że obróbka chemiczna włókien juty roztworem wodnym $Mg(OH)_2$ wpływa na właściwości wytrzymałościowe i kąt skręcenia przędzy. Analizując wyniki badań uzyskane w próbie rozciągania (rys. 2), można zaobserwować, że

włókna juty, po obróbce chemicznej roztworem $Mg(OH)_2$, wykazują lepsze właściwości wytrzymałościowe niż włókna niemodyfikowane. W procesach trawienia dla każdego ze stężeń można określić czas, dla którego włókno charakteryzuje się największą wytrzymałością. Dla 5% roztworu $Mg(OH)_2$ optymalne właściwości wytrzymałościowe (40 N) uzyskano po 4 godzinach trawienia, dla roztworu o stężeniu 15% (43 N) po 1 godzinie trwania procesu natomiast dla 30% roztworu maksymalną wartość siły (40 N) osiągnięto po 0,5 h. Dla roztworu $Mg(OH)_2$ można zaobserwować, że im mniejsze stężenie, tym dłuższy czas potrzebny do osiągnięcia optimum siły. Dla badanych stężeń $Mg(OH)_2$ po przekroczeniu optymalnego czasu trawienia, w którym osiągnięto maksymalne wartości sił niszczących, zaobserwowano spadek wartości siły rozciągającej o 30%. W przypadku 30% roztworu zauważono, że dalsze zwiększanie czasów trawienia powoduje ponowny wzrost siły niszczącej, pojawiającej się ponownie dla obróbki wytrawiającej 6 h.

Zgodnie z wcześniejszymi przewidywaniami, opartymi na przeglądzie literaturowym [9], obróbka chemiczna roztworem $Mg(OH)_2$ powoduje zwiększenie kąta skręcenia włókien. Biorąc pod uwagę przebieg krzywych (rys. 3), przedstawiających zmiany kątów skręcenia pod wpływem obróbki chemicznej włókien, można stwierdzić, że występuje duża zgodność pomiędzy zmianami kąta skręcenia a wytrzymałością włókien. Zaobserwowano występowanie dwóch charakterystycznych obszarów, w których następuje wzrost kąta skręcenia włókna.

Z przeprowadzonych badań wynika, że istnieje korelacja pomiędzy zmianą kąta skręcenia włókien a ich właściwościami wytrzymałościowymi. Analizując wyniki badań przedstawione na rysunku 3, można zauważyć, że dla każdego zastosowanego stężenia roztworu $Mg(OH)_2$ wzrost kąta skręcenia powoduje wzrost wytrzymałości włókna. W przypadku trawienia 5% roztworem $Mg(OH)_2$ optymalne wartości siły (40 N) oraz kąta skręcenia (162°) uzyskano po 4 godzinach trawienia. Podobnie dla obróbki chemicznej 15% roztworem wodorotlenku magnezu można zaobserwować, że po 1 h procesie trawienia następuje wzrost wartości kąta skręcenia (w porównaniu do kąta skręcenia juty nieobrobionej - rys. 4a), któremu towarzyszy wzrost właściwości wytrzymałościowych. Analizując przebieg krzywych zamieszczonych na rysunku 3, można zauważyć, że zarówno dla 5%, jak i 15% roztworu $Mg(OH)_2$ następuje stopniowy wzrost kąta skręcenia aż do wartości optymalnej (tj. dla 5%/4 h oraz dla 15%/1 h). Przy tej wartości kąta następuje wzrost właściwości wytrzymałościowych. Po przekroczeniu czasu trawienia, w którym osiągnięto optimum, następuje spadek właściwości wytrzymałościowych oraz kąta skręcenia. Na podstawie danych literaturowych [2, 9] oraz uzyskanych wyników można stwierdzić, że wzrost właściwości wytrzymałościowych, a tym samym kąta skręcenia włókien nastąpił w wyniku procesu przemiana-

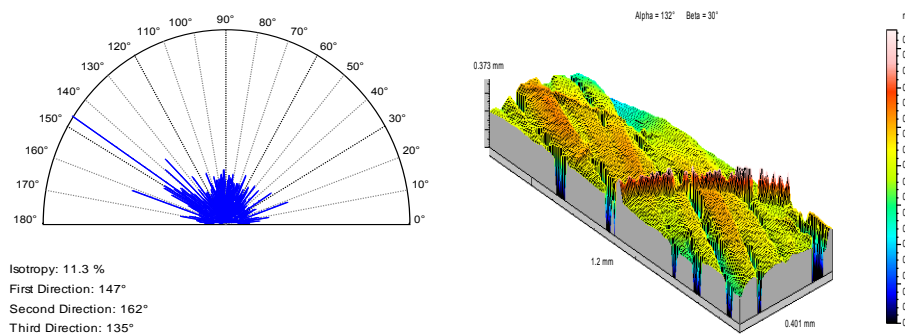
ny rdzennej celulozy (I) w bardziej stabilną wytrzymałościowo celulozę (II). Przemiana ta zachodzi w strukturze włókna podczas alkalizacji jego powierzchni roztworami mocnych zasad (KOH, NaOH). Podczas trawienia kationy mocnych zasad wnikają między płaszczyzny sieciowe celulozy pierwotnej. W wyniku tego procesu powstaje faza przejściowa o zwiększonych odległościach pomiędzy cząsteczkami celulozy, co powoduje pęcznienie włókna naturalnego oraz zmianę kąta skręcenia włókien. Po zakończeniu procesu obróbki, podczas płukania następuje usunięcie dołączonych kationów oraz przekształcenie fazy przejściowej w nową krystaliczną strukturę. Proces alkalizacji prowadzony w dłuższych czasach (5÷6 h) powoduje zmiękczenie osnowy w wyniku usunięcia części ligniny i hemicelulozy. Proces ten jest przyczyną spadku właściwości wytrzymałościowych, gdyż niekorzystnie wpływa na przenoszenie obciążeń pomiędzy fibrylami celulozy.

W przypadku 30% obróbki ponowny wzrost właściwości wytrzymałościowych oraz kąta skręcenia włókien (rys. 4c), zgodnie z przeglądem literaturowym [9],

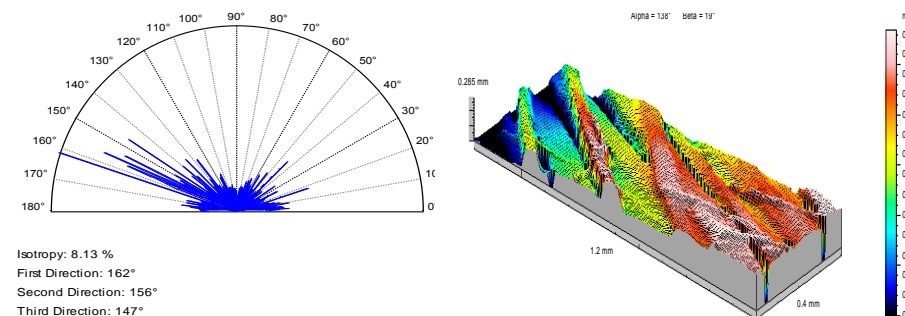
może być spowodowany usunięciem ligniny i hemicelulozy stanowiącej osnowę, których eliminacja powoduje, że włókna celulozy ulegają przegrupowaniu w kierunku osi rozciągania. Takie przegrupowanie może prowadzić do korzystnego rozkładu obciążenia włókna, co powoduje zwiększenie wartości przenoszonych naprężeń. Wskazują na to wyniki badań profilometrycznych kąta skręcenia włókna przędzy juty, gdzie w przypadku obróbki 30% po 6 h wzrasta wytrzymałość włókna i kąt skręcenia włókien przędzy.

Na podstawie uzyskanych wyników (rys. 3) można stwierdzić, że wartość kąta skręcenia włókna powyżej 160° pozwala na uzyskanie lepszych właściwości mechanicznych niezależnie od stężenia i czasu trawienia roztworem $Mg(OH)_2$. Czas trawienia wpływa nie tylko na zmianę kąta skręcenia, ale także powoduje pojawienie się większych odległości pomiędzy poszczególnymi włóknami, co także skutkuje zwiększeniem kąta skręcenia. Wraz ze wzrostem czasu trawienia, w przypadku 30% roztworu, zwiększa się różnica wysokości włókien w przędzy (rys. 4b i c).

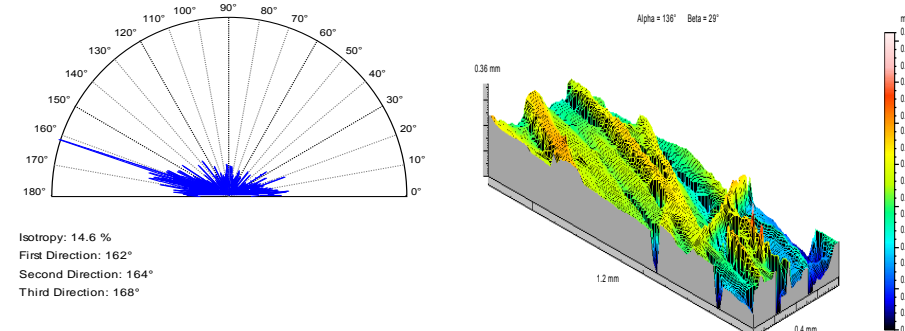
a) włókno nieobrobione



b) 30%/0,5 h



c) 30%/6 h



Rys. 4. Wykresy pomiaru kąta skręcenia włókien juty oraz obrazy włókien juty wykonane na profilografie MICRO PROF FRT: a) włókno nieobrobione; b) włókno trawione w 30% roztworze $Mg(OH)_2$ przez 0,5 h, c) włókno trawione w 30% roztworze $Mg(OH)_2$ przez 6 h

Fig. 4. Spiral angel diagram and picture of jute yearm achieved during profilograph MICRO PROF FRT measurements: a) jute fibers untreated, b) jute fibers treated in 30% solution $Mg(OH)_2$ for 0.5 h, c) jute fibers treated in 30% solution $Mg(OH)_2$ for 6 h

PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań wpływu obróbki chemicznej na właściwości wytrzymałościowe włókna juty można określić optymalne stężenia i czasy obróbki chemicznej roztworem $Mg(OH)_2$. Zmieniając stężenie $Mg(OH)_2$ oraz czas obróbki, można uzyskać porównywalne właściwości wytrzymałościowe włókien. Największą wytrzymałość wykazały włókna obrabiane w roztworach o średnim stężeniu (15%) w czasie ok. jednej godziny. Stwierdzono również, że obróbka chemiczna przyczynia się do zmiany kąta skręcenia włókien i powoduje tym samym wzrost własności wytrzymałościowych włókien. Dla badanych stężeń roztworu wodorotlenku magnezu maksymalną wartość siły zrywającej uzyskano dla kąta skręcenia włókien wynoszącego 162° . Zastosowana metoda pomiaru kąta skręcenia włókien może być pomocna do oceny zmian wytrzymałości włókien naturalnych zachodzących w wyniku obróbki chemicznej. Przeprowadzone badania stanowią jedynie część badań związanych z technologią wytwarzania kompozytów polimerowych. W dalszej części badań planuje się wykonanie kompozytów polimerowych wzmocnianych włóknami naturalnymi, co pozwoli na ocenę wpływu obróbki chemicznej na jakość połączenia pomiędzy komponentami oraz właściwości mechanicznych kompozytu.

LITERATURA

- [1] Recykling materiałów polimerowych, Praca zbiorowa pod red. A.K. Błędzkiego, WNT, Warszawa 1997.
- [2] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment, *Composites: Part A* 2006, 37, 1368-1376.
- [3] Ch. Qin, N. Soykeabkaew, The effect of fibre volume fraction and mercerization on the properties of all-cellulose composites, *Carbohydrate Polymers* 2008, 71, 458-467.
- [4] Sticchi A., Lauke B., A novel fiber treatment applied to woven jute fabric/ vintlester laminates, *Composites: Part A* 2007, 38, 1337-1343.
- [5] Gassan J., Bledzki A., Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Composites: Science and Technology* 1999, 59, 1303-1309.
- [6] Błędzki A., Gassan J., Composites reinforced with cellulose fibres, *Prog. Polymers. Sci.* 1999, 221-274.
- [7] Zhang M., Rong M., Lu X., Fully biodegradable natural fiber composites from renewable resources: All-plant fiber composites, *Composites Science and Technology* 2005, 65, 2514-2525.
- [8] Khan F., Ahmad S.R., Chemical modification and spectroscopic analysis of jute fibre, *Polymer Degradation and Stability* 1996, 52, 335-340.
- [9] Gassan J., Natural fiber-reinforced plastics - Correlation between structure and properties of the fibers and the resultat composites, Dissertation at the Institute of Materials Engineering, University of Kassel, Kassel 1997.

