

*Study on preparation and analysis of modified bamboo powder material***Badanie nad przygotowaniem i analiza zmodyfikowanego proszku bambusowego**

DOI: 10.15199/62.2024.3.14

Powierzchnię proszku bambusowego zmodyfikowano chemicznie alkalicznym roztworem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  w celu poprawy właściwości materiału. Krystaliczność i współczynnik aktywacji zostały użyte jako wskaźniki. W optymalnych warunkach procesu ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  stężenie 15%, temp. 90°C i czas reakcji 30 min) krystaliczność proszku osiągnęła 38,5%, a współczynnik aktywacji wyniósł 78,5%.

**Słowa kluczowe:** modyfikowany proszek bambusowy, obróbka alkaliczna, współczynnik aktywacji

The surface of bamboo powder was chem. modified with alkali.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  soln. to improve the material properties. The crystallinity and activation index were used as indicators. Under optimum conditions of the process ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  concn. 15%, temp. 90°C and reaction time 30 min), the crystallinity of the powder reached 38.5% and the activation index was 78.5%.

**Keywords:** modified bamboo powder, alkaline treatment, activation index

Bambus jest jedną z najszybciej rosnących roślin, o krótkim okresie dojrzewania<sup>1-3</sup>. Chiny są jednym z ośrodków pochodzenia i dystrybucji roślin bambusowych oraz głównym krajem produkującym bambus na świecie. Jednak stopień wykorzystania zasobów bambusa w Chinach jest niewielki. Ogólnie rzecz biorąc, ma on zastosowanie w wyrobach rękodzielniczych i artykułach gospodarstwa domowego. Istnieje niewiele zastosowań w technice, a wiele funkcji włókna bambusowego nie zostało jeszcze zbadanych. Z punktu widzenia morfologii włókien można je podzielić na wiązki włókien bambusowych, włókna miękkie bambusowe i cząstki proszku bambusowego<sup>4-7</sup>. Pod względem sztywności i wytrzymałości włókno bambusowe jest porównywalne z włóknem szklanym. Odnawialność i odpowiednie właściwości mechaniczne sprawiają, że bambus jest doskonałym wzmocnieniem dla kompozytów termoplastycznych wzmocnianych włóknami naturalnymi. Jednocześnie włókno bambusowe ma wiele trudnych do kontroli właściwości ze względu na swój złożony skład, a problemy techniczne, jakie napotyka kompozyt z włókna bambusowego i żywicy termoplastycznej, wymagają pilnego rozwiązania. Duża polarność powierzchni włókna bambusowego sprawia, że jest ono słabo kompatybilne z niepolarnym polimerem, co poważnie wpływa na właściwości mechaniczne kompozytu<sup>8-11</sup>.

Ponieważ głównymi składnikami włókien roślinnych są polisacharydy, takie jak celuloza i hemiceluloza, które na powierzchni zawierają dużą liczbę hydroksylowych grup funkcyjnych, różnica energii powierzchniowej w stosunku do niepolarnych matryc polimerowych jest zbyt duża, aby utworzyć dobre wiązanie międzyfazowe<sup>12-15</sup>. Dlatego też

Among natural plants, bamboo is one of the fastest growing plants with a short maturity<sup>1-3</sup>. China is one of the centers of origin and distribution of bamboo plants and the main bamboo producing country in the world. However, to some extent, the utilization rate of bamboo resources in China is poor. Generally, there are bamboo handicrafts and household items. There are few applications in engineering, and more functions of bamboo fiber have yet to be explored. From the perspective of bamboo fiber morphology, it can be divided into bamboo fiber bundles, bamboo pulp fibers and bamboo powder particles<sup>4-7</sup>. The bamboo fiber is comparable in stiffness and strength to glass fiber. Renewability and suitable mechanical properties make bamboo a superior reinforcement for natural fiber reinforced thermoplastic composites. At the same time, bamboo fiber has many uncontrollable factors due to its complex composition, and the technical problems faced by the composite of bamboo fiber and thermoplastic resin need to be solved urgently. The high polarity of the bamboo fiber surface makes it poorly compatible with the non-polar polymer, which seriously affects the mechanical properties of the composite<sup>8-11</sup>.

Due to the main components of plant fibers being polysaccharides such as cellulose and hemicellulose, which contain a large number of hydroxyl functional groups on the surface, the surface energy difference with non-polar polymer matrices is too large to form good interfacial bonding<sup>12-15</sup>. Therefore, a surface treatment can be applied to plant fibers to improve the interfacial adhesion between plant fibers and the matrix, to reduce their surface energy, to improve the interfacial wettability of composite materials, and enhance their mechanical properties. Alkali treatment is a commonly used method for pre-treatment of plant fiber surfaces. Alkaline solution can effectively dissolve the gum on the surface of fibers, increase the surface roughness of fibers, and improve the interfacial adhesion between both phases.

\* Address for correspondence/Adres do korespondencji:

Yibin Vocational and Technical College, Yibin 644000, China; e-mail: fangyi8889@hotmail.com

w celu poprawy adhezji międzyfazowej między włóknami roślinnymi a matrycą stosuje się obróbkę powierzchniową włókien roślinnych. Obróbka taka powoduje zmniejszenie ich energii powierzchniowej, poprawia zwilżalność międzyfazową materiałów kompozytowych oraz ich właściwości mechaniczne. Obróbka alkaliczna jest powszechnie stosowaną metodą wstępnej obróbki powierzchni włókien roślinnych. Roztwór alkaliczny może skutecznie rozpuścić gumę na powierzchni włókien, zwiększyć chropowatość ich powierzchni i poprawić przyczepność międzyfazową między obiema fazami.

Krystaliczność proszku bambusowego jest ważnym parametrem charakteryzującym jego krystaliczną naturę, który określa fizyczną i mechaniczną wytrzymałość kompozytów drewno-plastik. Zmiana krystaliczności proszku bambusowego po fizycznej lub chemicznej modyfikacji w pewnym stopniu odzwierciedla zmianę obszarów krystalicznych i amorficznych w wewnętrznej strukturze proszku.

Modyfikator w postaci  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  został w tej pracy użyty do modyfikacji powierzchni proszku bambusowego i optymalizacji warunków reakcji, takich jak dawka modyfikatora, temperatura reakcji i czas reakcji.

## Część doświadczalna

### Materiały

Surowce wykorzystane w badaniach przedstawiono w tabeli 1.

### Urządzenia

Aparaturę wykorzystaną w badaniach zestawiono w tabeli 2.

### Metodyka badań

Proszek bambusowy namoczono w roztworze  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  o stężeniu 1:5 przez 45 min w temperaturze pokojowej, następnie przefiltrowano i przemyto wodą destylowaną do uzyskania odczynu obojętnego, wysuszono w temp.  $100^\circ\text{C}$  przez 24 h, a następnie zmielono i przesiano.

## Wyniki badań i ich omówienie

### Modyfikacja proszku bambusowego roztworem $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Zmianę krystaliczności proszku bambusowego modyfikowanego roztworem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  o różnych stężeniach pokazano na rys. 1. Na krystaliczność duży wpływ miało stężenie

*The crystallinity of bamboo powder fibres is an important parameter to characterize the crystalline nature of bamboo powder, which determines the physical and mechanical strength of wood-plastic composites. The change of crystallinity of bamboo powder after physical or chemical modification reflects the change of crystalline and amorphous regions in the internal structure of bamboo powder to a certain extent.*

*The  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  modifier was used in the paper to modify the surface of bamboo powder and to optimize the reaction conditions such as dosage of the modifier, reaction temperature and reaction time.*

## Experimental

### Materials

*The raw materials used in the experiment are shown in Table 1.*

### Equipment

*The apparatus used in the experiment is shown in Table 2.*

### Methods

*The bamboo powder was soaked in  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  solution at a concentration of 1:5 for 45 min at room temperature, then filtered and washed with distilled water until neutral, dried at  $100^\circ\text{C}$  for 24 h, then ground and sieved.*

## Results and discussion

### Modification of bamboo powder with $\text{Na}_2\text{CO}_3$ solution

*The crystallinity of bamboo powder modified with  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  solution of varying concentration of is shown in Fig. 1. The crystallinity of bamboo powder fibre was greatly affected by the concentration of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  solution. When the concentration of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  solution was less than 15%, the crystallinity of bamboo powder fibre increased with the increase of alkali concentration, because the alkali solution could remove the amorphous components such as hemicellulose and lignin on the bamboo powder, which promotes the increase of the content of cellulose with crystalline structure and the increase of the crystallinity of the bamboo powder. When the concentration of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  solution was 15%, the modified bamboo powder had the largest crystallinity, reaching 38.5%, which was 20%*

Table 2. Apparatus used in the experiment

Tabela 2. Aparatura wykorzystana w badaniach

Instrument/ Przyrząd	Model specification/ Model	Manufacturer/ Producent
Constant temperature water bath/ Kąpiel wodna o stałej temperaturze	Julabo PURA 4	Youlaibo Technology (Beijing) Co., Ltd.
Vacuum filtration pump/ Próżniowa pompa filtracyjna	VP50-Plus=Labtech	Beijing Laibetaike Instrument Co., Ltd.
Drying box/ Pojemnik do suszenia	DHG-9245A	Shenzhen Sanli Technology Co., Ltd.
Powder pressing machine/ Maszyna do prasowania proszku	ZP680C	Shanghai Tianfan Machinery Factory

Table 1. Raw materials used in the experiment

Tabela 1. Surowce wykorzystane w badaniach

Reagents/ Odczynniki	Standard/ Standard	Manufacturer/ Producent	Purity/ Czystość
Bamboo powder/ Proszek bambusowy	80 mesh	Ningbo Yinzhou Qingzhu Trading Co., Ltd.	—
$\text{Na}_2\text{CO}_3$	analytical purity/ czystość analityczna	Hangzhou Longshan Chemical Co., Ltd.	98%
Anhydrous ethanol/ Bezwodny etanol	analytical purity/ czystość analityczna	Guangdong Fuzhan Chemical Co., Ltd.	98%

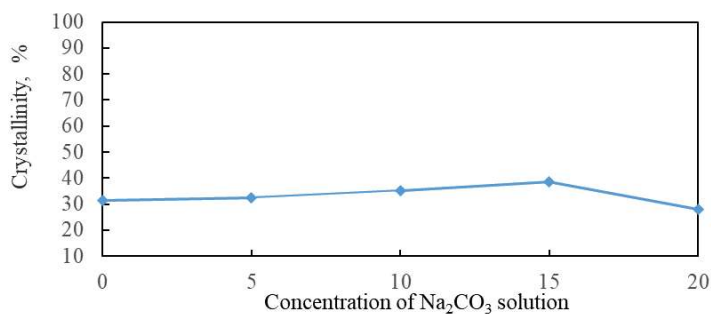


Fig. 1. Crystallinity of bamboo powder modified with Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution of varying concentrations

Rys. 1. Krystaliczność proszku bambusowego modyfikowanego roztworem Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> o różnych stężeniach

roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Gdy stężenie to było mniejsze niż 15%, krystaliczność włókna bambusowego w postaci proszku wzrastała wraz ze wzrostem stężenia alkaliów, ponieważ roztwór alkaliczny mógł usunąć amorficzne składniki, takie jak hemiceluloza i lignina z proszku bambusowego, co sprzyjało wzrostowi zawartości celulozy o strukturze krystalicznej i wzrostowi krystaliczności proszku bambusowego. Gdy stężenie roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> wynosiło 15%, zmodyfikowany proszek bambusowy miał największą krystaliczność, wynoszącą 38,5%. Było to o 20% więcej niż krystaliczne i amorficzne obszary niekrystalicznego proszku bambusowego. Była to także wartość większa niż w przypadku niemodyfikowanego proszku bambusowego. Następnie, wraz ze wzrostem stężenia roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> krystaliczność proszku bambusowego znacznie spadła, co wskazuje, że struktura włókna bambusowego w tym proszku została mocniej uszkodzona przez roztwór modyfikujący o zbyt wysokim stężeniu. Wynikało to z faktu, że roztwór alkaliczny o wysokim stężeniu łatwo rozpuszczał obszary amorficznej celulozy w proszku bambusowym. Osłabiała to siły międzycząsteczkowe w łańcuchu molekularnym celulozy i wpływało na orientację tego łańcucha, tak że układ włókien w proszku bambusowym zaczął się rozluźniać, obszar amorficzny wzrósł, a krystaliczność spadła.

Optymalne stężenie roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> do obróbki proszku bambusowego określono na 15%.

### Wpływ czasu reakcji na efekty modyfikacji proszku bambusowego

Na rys. 2 przedstawiono krzywą zależności wskaźnika aktywacji zmodyfikowanego proszku bambusowego od czasu reakcji, gdy stężenie roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> wynosiło 15%, a temperatura reakcji 90°C. Współczynnik aktywacji zmodyfikowanego proszku bambusowego wykazywał tendencję rosnącą, a następnie malejącą wraz ze wzrostem czasu obróbki. Gdy czas reakcji był krótszy niż 30 min, współczynnik aktywacji proszku bambusowego wzrastał wraz z wydłużaniem czasu reakcji. Na początku procesu modyfikacji czas reakcji był zbyt krótki (niepełna reakcja), a następnie wydłużanie czasu reakcji sprzyjało poprawie efektu modyfikacji proszku bambusowego i współczynnik aktywacji rósł. Gdy czas reakcji wynosił 30 min, hydrok-

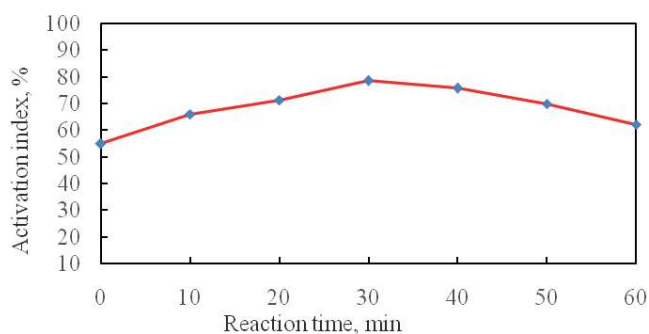


Fig. 2. Effect of reaction time on activation index of bamboo powder

Rys. 2. Wpływ czasu reakcji na współczynnik aktywacji proszku bambusowego

higher than the crystalline and amorphous regions of non-crystalline bamboo powder. Which was higher than that of the unmodified bamboo powder. Thereafter, with the increase in the concentration of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution, the crystallinity of the bamboo powder fibre decreased significantly, indicating that the structure of the bamboo powder fibre was more damaged by the alkali solution of too high a concentration. This was due to the fact that the alkaline Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution of high concentration easily dissolved amorphous cellulose zones of the bamboo powder. This resulted in weakening intermolecular forces inside the cellulose molecular chain and affected the orientation of the molecular chain, so that fiber arrangement in the bamboo powder began to be loosened, the amorphous area increased, and the crystallinity decreased.

Therefore, the optimum concentration of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution for the treatment of bamboo powder was determined to be 15%.

### Effect of reaction time on the modification effect of bamboo powder

When the amount of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution was 15% and the reaction temperature was 90°C, the relationship curve of reaction time on the activation index of modified bamboo powder was shown in Fig. 2. The activation index of the modified bamboo powder showed an increasing and then decreasing trend with the increase of the treatment time. When the reaction time is less than 30 min, the activation index of bamboo powder increases with the extension of reaction time, which was because the reaction time was too short, resulting in incomplete reaction, and then the extension of the reaction time was conducive to the improvement of the modification effect of the bamboo powder; and the measured activation index increased. When the reaction time was 30 min, the hydroxyl functional group on the surface of the bamboo powder was completely reacted, and the activation index of the bamboo powder reached a maximum of 78.5%. After that, when the reaction time was increased, the surface polarity of the bamboo powder did not change any more, so the measured activation index did not change significantly. Therefore, the optimum modification time was determined to be 30 min.

### Effect of reaction temperature on the modification effect of bamboo powder

When the amount of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution was 15%, the reaction time was 30 min, the relationship between the reaction



syłowe grupy funkcyjne na powierzchni proszku bambusowego przereagowały całkowicie i współczynnik aktywacji proszku bambusowego osiągnął maksimum wynoszące 78,5%. Następnie, gdy czas reakcji został wydłużony, polaryzacja powierzchni proszku bambusowego nie zmieniła się, więc zmierzony współczynnik aktywacji nie zmienił się znacząco. Zatem optymalny czas modyfikacji został określony na 30 min.

### Wpływ temperatury reakcji na modyfikację proszku bambusowego

Gdy stężenie roztworu  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  wynosiło 15%, a czas reakcji 30 min, uzyskano krzywą zależności wskaźnika aktywacji zmodyfikowanego proszku bambusowego od temperatury reakcji, pokazaną na rys. 3. Współczynnik aktywacji zmodyfikowanego proszku bambusowego w temperaturze reakcji niższej niż  $90^\circ\text{C}$  wzrastał wraz ze wzrostem temperatury. W temp.  $90^\circ\text{C}$  współczynnik aktywacji proszku bambusowego osiągnął maksimum wynoszące 78,5%, a następnie uległ obniżeniu. Optymalną temperaturę modyfikacji określono jako  $90^\circ\text{C}$ .

### Podsumowanie

Powierzchnia proszku bambusowego została chemicznie zmodyfikowana w celu przygotowania materiałów o doskonałych właściwościach mechanicznych. Warunki reakcji proszku bambusowego modyfikowanego alkaliem w temperaturze pokojowej zostały zoptymalizowane przy użyciu takich wskaźników, jak krystaliczność i współczynnik aktywacji. Stwierdzono, że gdy stężenie  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  wynosiło 15%, efekt modyfikacji proszku bambusowego był najlepszy i krystaliczność osiągnęła maksimum wynoszące 38,5%; gdy temperatura reakcji wynosiła  $90^\circ\text{C}$ , a czas reakcji 30 min, efekt modyfikacji proszku bambusowego był najlepszy i wskaźnik aktywacji wynosił 78,5%.

### Podziękowania

Niniejszy artykuł uzyskał wsparcie w ramach projektu Yibin Science and Technology Plan „3D Printing Bamboo Product Design Integrating Traditional Craftsmanship and Modern Design Concepts” [Projekt Planu Nauki i Technologii Yibin „Projektowanie produktów z bambusa do druku 3D integrujące tradycyjne rzemiosło i nowoczesne koncepcje projektowe”] (2020SF003).

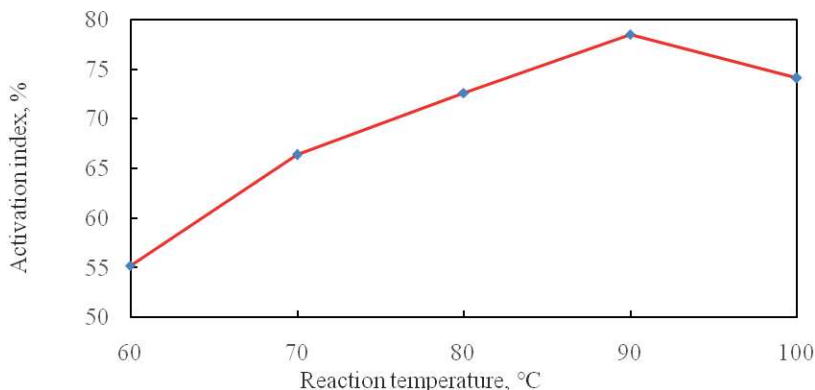


Fig. 3. Effect of reaction temperature on activation index of bamboo powder

Rys. 3. Wpływ temperatury reakcji na współczynnik aktywacji proszku bambusowego

temperature and the activation index of the modified bamboo powder was shown in Fig. 3. As can be seen from the Fig. 3, the activation index of the modified bamboo powder in the range of reaction temperature lower than  $90^\circ\text{C}$ , the activation index of the modified bamboo powder with the increase in temperature tends to increase, in the temperature of  $90^\circ\text{C}$ , the activation index of the bamboo powder reached a maximum of 78.5%; thereafter, the curve with the increase in temperature began to decline, to determine the optimal modification of the temperature of  $90^\circ\text{C}$ .

### Conclusions

The surface of bamboo powder was chemically modified for preparing bamboo powder materials with excellent mechanical properties. The reaction conditions of alkali-modified bamboo powder at room temperature were optimized using crystallinity and activation index as indicators, and it was found that when the concentration of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  was 15%, the modification effect of bamboo powder was the best, and the crystallinity reached the maximum of 38.5%; when the reaction temperature was  $90^\circ\text{C}$  and the reaction time was 30 min, the modification effect of bamboo powder was the best, and the activation index was 78.5%.

### Acknowledgment

This paper is supported by Yibin Science and Technology Plan Project “3D Printing Bamboo Product Design Integrating Traditional Craftsmanship and Modern Design Concepts” (2020SF003).

Received/Otrzymano: 08-02-2024

### REFERENCES/LITERATURA

- [1] Y.P. Sheng, B. Zhang, Y. Yang, H.B. Li, Z.J. Chen, H.X. Chen, *Arabian J. Sci. Eng.* 2019, **44**, No. 5, 4629.
- [2] H. Jia, Y. Sheng, H. Lv, Y.R. Kim, X. Zhao, J. Meng, R. Xiong, *Constr. Build. Mater.* 2021, **289**, 123196.
- [3] H. Jia, H. Chen, Y. Sheng, J. Meng, S. Cui, Y.R. Kim, S. Huang, H. Qi, *J. Cleaner Prod.* 2022, **333**, 130120.
- [4] D. Luo, A. Khater, Y. Yue, M. Abdelsalam, Z. Zhang, Y. Li, J. Li, D.T. Iseley, *Constr. Build. Mater.* 2019, **209**, 377.
- [5] M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona, *Composites, Part B Engineering* 2012, **43**, No. 7, 2883.
- [6] T. Asada, S. Ishihara, T. Yamane, A. Toba, A. Yamada, K. Oikawa, *J. Health Sci.* 2002, **48**, No. 6, 473.
- [7] T. Afrin, T. Tsuzuki, X. Wang, *J. Text. Inst.* 2012, **103**, 394.
- [8] B. Zhao, H. Al Rasheed, I. Ali, S.L. Hu, *Bioresour. Technol.* 2021, **319**, 124115.
- [9] M. Mohan, N.N. Deshavath, T. Banerjee, V.V. Goud, V.V. Dasu, *Ind. Eng. Chem. Res.* 2018, **57**, No. 31, 10105.
- [10] S. Kassaye, K.K. Pant, S. Jian, *Renew. Energy* 2017, **104**, 177.
- [11] Q. Cai, Z.S. Fan, J.B. Chen, W.J. Guo, F. Ma, S.Q. Sun, L.M. Hu, Q. Zhou, *J. Mol. Struct.* 2018, **1171**, 639.
- [12] B.B. Qiu, X.D. Tao, J.H. Wang, Y. Liu, A.T. Li, H.Q. Chu, *Energy Convers. Manag.* 2022, **261**, 115647.
- [13] L. Zhichao, Z. Zhiyu et al., *Forests* 2023, **14**, No. 11, 2266.
- [14] W. Zhang, C. Wang, S. Gu, H. Yu, H. Cheng, G.E. Wang, *Polymers* 2021, **13**, No. 17, 2913.
- [15] C.J. Slebi-Acevedo, P. Lastra-Gonzalez, P. Pascual-Munoz, D. Castro-Fresno, *Constr. Build. Mater.* 2019, **200**, 756.