

# 蔗渣中纤维素提取工艺优化及性质分析

张琳\*, 周易新, 田埂华, 吴言博, 熊欣, 黄绮雯  
(华南理工大学食品科学与工程学院, 广东广州 510640)

**摘要:** 该研究以制糖业生产废弃物甘蔗渣为原料, 以提高提取得率和获得含量更高, 性能更好的纤维素为目标, 对比不同提取方法研究最佳提取工艺。在单因素筛选提取温度、时间和料液比的基础上, 应用响应面法进一步优化。结果表明, 预处理加深度共熔溶剂提取法较酸法和直接深度共熔溶剂提取法能更高效地提取蔗渣纤维素。最优工艺条件为: 采用 20% 质量浓度碳酸钠浸泡 24 h 进行预处理、提取温度 103 °C、时间 200 min、料液比 1:25 (g/g), 获得的最佳理论和实际纤维素含量分别为 70.60% 和 70.26%。采用扫描电镜、X 射线衍射、热重分析等对纤维素的结构和性质进行分析, 表征结果表明: 提取处理后纤维素结构细密多孔、尺寸变小、结晶度提高、热稳定性变好。本研究可为甘蔗渣纤维素资源的合理利用提供一定的理论依据与技术支持。

**关键词:** 甘蔗渣; 纤维素; 深度共熔溶剂; 工艺; 表征

文章编号: 1673-9078(2024)11-281-288

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.11.1222

## Extraction Process Optimization and Characterization of Bagasse Cellulose

ZHANG Lin\*, ZHOU Yixin, TIAN Genghua, WU Yanbo, XIONG Xin, HUANG Qiwen

(School of Food Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

**Abstract:** Sugarcane bagasse, a byproduct of the sugar industry, was used as a raw material to improve extraction yield and produce cellulose of superior quality. Different extraction methods were compared to determine the optimal extraction process. The extraction temperature, time, and solid-to-liquid ratio were selected based on the results of single-factor experiments. Response surface methodology was used to further optimize the extraction process. The results showed that pretreatment combined with deep eutectic solvent extraction can extract bagasse cellulose more efficiently compared with the acid method and direct deep eutectic solvent extraction. The optimal process conditions were as follows: pretreatment by soaking bagasse in 20% sodium carbonate solution for 24 h, extraction temperature of 103 °C, extraction time of 200 min, and solid-to-liquid ratio of 1:25 (g/g). The theoretical optimal and actual cellulose contents were 70.60% and 70.26%, respectively. The structure and properties of the obtained cellulose were studied using scanning electron microscopy, X-ray diffraction, and thermogravimetric analysis. The characterization results revealed that after pretreatment, the extracted bagasse cellulose exhibited a fine and porous structure, with a reduced size, increased crystallinity, and improved thermal stability. This study provides a theoretical basis and technical support for rational utilization of bagasse cellulose resources.

**Key words:** bagasse; cellulose; deep eutectic solvent; process; characterization

引文格式:

张琳,周易新,田埂华,等.蔗渣中纤维素提取工艺优化及性质分析[J].现代食品科技,2024,40(11):281-288.

ZHANG Lin, ZHOU Yixin, TIAN Genghua, et al. Extraction process optimization and characterization of bagasse cellulose [J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(11): 281-288.

收稿日期: 2023-10-13

基金项目: 华南理工大学“百步梯攀登计划”项目(j2tw202202094); 广东省大学生创新创业训练计划(S202310561303)

作者简介: 张琳(1985-), 女, 硕士, 实验师, 研究方向: 食品分析与营养保健, E-mail: felzhang@scut.edu.cn

纤维素是地球上最丰富的可再生生物质资源，是世界上分布最广泛的天然高分子材料，具有可降解、无毒、良好生物相容性。随着煤、石油、天然气等资源日益枯竭，纤维素等生物质资源的开发与利用成为当前研究重点<sup>[1]</sup>。

蔗渣是甘蔗 (*Saccharum officinarum* L.) 废弃物，通常在甘蔗完成榨糖后进行焚烧。我国是全球四大甘蔗种植国之一，第二大食糖消费国。据统计，我国制糖企业每年约产生 600~650 万 t 蔗渣，其中用于制作纸浆的仅有 20%，其余多作为废弃物进行焚烧。不仅增加环境污染，还造成大量自然资源浪费<sup>[1,2]</sup>。蔗渣中主要含有纤维素、半纤维素和木质素，其中纤维素含量较高，约占 33%~50%<sup>[3]</sup>。纤维素经过处理后可制成纳米纤维素等材料在食品包装、复合材料等行业进行高值化利用，既减少资源浪费，又能产生额外经济效益。近年来，不断有学者探索蔗渣纤维素的最新利用方式，但首先要获得较好的蔗渣中纤维素提取方法。

目前纤维素提取有传统化学法、物理法、酶处理生物法，以及深度共熔溶剂 (Deep Eutectic Solvent, DES) 等新型绿色方法。传统化学法是用强酸或者强碱除去色素和半纤维素等杂质，从而达到提取纤维素的目的<sup>[4,5]</sup>。但强酸强碱腐蚀性大，会带来环境污染和安全方面的问题，如使用刺激性有毒化学品，产生大量残留物，增加废物处理成本，对人体健康造成影响。超声、微波等物理方法虽然不会使用对环境有危害的化学物质，但其仪器设备昂贵，能耗较高，应用范围较窄<sup>[6,7]</sup>。生物酶处理法比较温和，但成本高，耗时长<sup>[8,9]</sup>。随着公众对可持续发展需求越来越高，科研人员也在寻找更环保、更安全、更高效的提取方法。

近年来 DES 被许多研究者用于纤维素的提取中。洪元芳等<sup>[10]</sup>利用 DES，用响应面法确定提取紫苏秸秆纤维素的最优工艺。龚立<sup>[11]</sup>利用 DES 提取纤维素，并探究其湿度传感性能。DES 是由氢键受体和供体按照一定物质量比混合形成的熔点更低的盐溶液，其相容性好、毒性低、制备简单、价格低廉，是一种新型可再生且对环境友好的混合溶剂体系。

研究表明，一些酸性 DES 对半纤维素具有良好溶解性能，碱性 DES 及部分酸性 DES 对木质素具有优异溶解性能。此外，预处理结合 DES 体系可有效去除蔗渣中的半纤维素和木质素，保留纤维素组分，纤维素物理和机械性能变好。但目前大部分研

究多用酸性 DES 进行蔗渣纤维素提取，碱性 DES 提取的具体工艺和样品特性报道较少。

本研究选用碱性 DES (尿素 + 氯化胆碱) 体系，首先用酸法、DES 法和预处理 +DES 法三种提取方法对蔗渣纤维素进行提取，对比分析纤维素含量和产率，采用单因素和响应面法优化工艺条件。通过扫描电镜观察纤维素细微结构，并进行 X 射线衍射和热重分析，从而筛选出适合蔗渣纤维素的高效提取方法。研究结果可为蔗渣的高值化利用提供基础数据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

压榨甘蔗渣，贵港市甘化糖业有限公司；硝酸 (分析纯)，成都市科隆化学品有限公司；碳酸钠、尿素 (分析纯)，福晨化学试剂有限公司；无水乙醇 (分析纯)，天津市富宇精细化工有限公司；氯化胆碱 (分析纯)，上海麦克林生化科技有限公司。

HWS-12 水浴锅，上海一恒科仪器有限公司；DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器，予华仪器有限公司；TLE204 分析天平，博特勒-托利多仪器有限公司；DKN412C 逆风定温恒温箱，重庆雅马拓科技有限公司；HC-3618R 高速冷冻离心机，安徽中科中佳科学仪器有限公司；WF B 粉碎机，浙江永康市速锋工贸有限公司；AP-N-3Z 真空泵，天津奥特赛恩斯仪器有限公司；Merlin 扫描电镜，德国 Zeiss 公司；多位自动进样 X 射线衍射仪，德国 PANalytical 公司；热重分析仪，赛默飞世尔科技有限公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 蔗渣提取工艺筛选

本部分对蔗渣提取工艺进行研究，考察不同提取方法对蔗渣得率和含量的影响。将自然干燥的蔗渣用粉碎机以 1 000 r/min 的速率粉碎 5 min，过 80 目筛，得到蔗渣粉末备用。

##### 1.2.1.1 酸法

将硝酸与无水乙醇按 1:4 体积比混合，得到硝酸-乙醇混合液，与蔗渣以 1:25 (g/mL) 料液比混合，100 °C 水浴加热回流 1 h，多次加热直至蔗渣变白。

##### 1.2.1.2 DES 法

将氯化胆碱与尿素以 1:2 摩尔比混合，80 °C 油

浴加热融化至澄清透明。与蔗渣按 20:1 (g/g) 料液比 (由于 DES 加热融化成液态, 下文统一采用料液比来指代融化后的 DES 与蔗渣的质量比) 混合, 100 °C 油浴加热 3 h<sup>[9]</sup>。

### 1.2.1.3 预处理+DES法

先将蔗渣用 20% 质量分数的碳酸钠溶液浸泡 24 h 并水洗至中性, 烘干后按 DES 法进行反应。

将三种方法得到的料液收集, 以转速 8 000 r/min 离心 15 min, 除去上层清液, 保留沉淀物。沉淀物用无水乙醇浸泡 24 h, 抽滤、烘箱中 105 °C 烘干 24 h, 装袋保存。

## 1.2.2 预处理+DES提取法的单因素实验

### 1.2.2.1 不同反应温度对蔗渣得率和含量影响

参照 Casanova 等<sup>[12]</sup>的方法, 以 60、80、100、120、140 °C 反应温度为变量, 研究不同反应温度对蔗渣得率和含量的影响。

### 1.2.2.2 不同碳酸钠浓度对蔗渣得率和含量影响

参照 Sangeeta 等<sup>[13]</sup>的方法, 以 5%、10%、20%、30% 碳酸钠质量分数为变量, 研究预处理时不同碳酸钠浓度对得率和含量的影响。

### 1.2.2.3 不同料液比对蔗渣得率和含量影响

参照 Casanova 等<sup>[12]</sup>的方法, 蔗渣和混合试剂以 1:10、1:15、1:20、1:30、1:40 (g/g) 料液比为变量, 研究不同料液比对蔗渣得率和含量的影响。

### 1.2.2.4 不同反应时间对蔗渣得率和含量影响

参照 Casanova 等<sup>[12]</sup>的方法, 以 1、3、5、7 h 反应时间为变量, 研究不同反应时间对蔗渣得率和含量的影响。

## 1.2.3 响应面实验设计

在单因素实验结果基础上, 采用 Box-Behnken 中心组合设计筛选出合适的因素水平范围, 以料液比 A、反应温度 B、反应时间 C 为自变量, 探究不同实验因素对蔗渣提取纤维素含量 Y 的影响。采用 Design-Expert 12 软件设计三因素三水平的响应面实验, 因素水平见表 1。

表 1 响应面因素水平

Table 1 Response surface factor levels

项目	水平		
	-1	0	1
料液比 A(g/g)	10	20	30
反应温度 B/°C	80	100	120
反应时间 C/h	2	3	4

## 1.2.4 形貌和结果表征

### 1.2.4.1 扫描电镜 (SEM) 测定

先将样品进行预处理, 取适量样品浸入乙醇进行超声震荡 15 min。然后吸取微量样品放置在电镜扫描台的导电纸上进行喷金处理。对未处理甘蔗渣和处理后纤维素微观形貌进行扫描分析。

### 1.2.4.2 X 射线衍射 (XRD) 测试

取适量粉状纤维素样品, 将样品撒在样品试片上压平, 扫描范围 (2θ) 为 5~80°, 扫描速度为 2°/min, 对内部晶体结构和结晶度进行 X 射线衍射。

### 1.2.4.3 差示扫描量热仪 (DSC) 测试

选定合适样品, 精密称取约 5 mg 样品置于铝制坩埚中后进行测试, 进气流量为 20 mL/min, 升温速率为 10 °C/min, 升温范围为 40~600 °C。

## 1.2.5 实验指标测定方法

### 1.2.5.1 得率计算

按照公式 1 对蔗渣纤维素得率进行计算, 精确称量经预处理后的蔗渣质量  $M$ , 通过提取反应, 得到纤维素质量  $m_1$ 。

$$G = \frac{m_1}{M} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

$G$ ——纤维素得率, %;

$M$ ——经预处理后参与反应的蔗渣质量, g (干重);

$m_1$ ——提取反应后得到的纤维素质量, g (干重);

### 1.2.5.2 纤维素含量计算

按照公式 2 对纤维素含量进行计算, 将  $m_1$  放入 250 mL 洁净干燥锥形瓶, 以 1:25 (g/mL) 的料液比加入硝酸乙醇混合液, 装回流冷凝装置, 沸水浴 1 h, 抽掉溶剂, 重复三到五次, 直至纤维变白。用适量硝酸乙醇混合液洗涤残渣, 再用热水洗涤至中性, 最后用无水乙醇洗涤两次, 烘干至恒重  $m_2$  即可<sup>[14,15]</sup>。

$$C = \frac{m_1 \times m_2}{M \times m_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

$m_1$ ——DES 反应后得到的纤维素质量, g (干重);

$m_2$ ——经硝酸乙醇混合液处理后的纤维素质量, g (干重);

$C$ ——纤维素含量, %。

## 1.2.6 数据处理

纤维素得率和含量测定实验设置 3 次平行试验, 测定结果采用平均值 ± 标准差表示。采用 SPSS 进行数据统计与分析, 并采用 Origin 作图, 采用 Design Expert 进行响应面设计。扫描电镜孔径尺寸

测量采用 Nano measure 软件, X 射线衍射结晶度计算采用 Material Data Jade 软件。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同提取方法对蔗渣纤维素得率和含量影响

由表 2 可以得出, 对同一来源的蔗渣, 酸法提取得率远低于 DES 法和预处理 +DES 法。这是由于碱浸泡预处理可减少原纤维中所含的半纤维素、木质素、果胶等成分, 使样品与 DES 更好接触反应, 加快 DES 溶解木质素等组分<sup>[16]</sup>。因此选取得率和含量结果最高的预处理 +DES 法进行单因素和响应面实验。

表 2 不同提取方法的蔗渣纤维素得率及含量  
Table 2 Bagasse cellulose content and extraction rate of different extraction methods

提取方法	得率/%	含量/%
酸法	40.30 ± 0.80 <sup>c</sup>	62.40 ± 1.50 <sup>c</sup>
DES	75.20 ± 1.20 <sup>b</sup>	65.30 ± 0.60 <sup>b</sup>
预处理 +DES	90.40 ± 1.70 <sup>a</sup>	70.50 ± 0.70 <sup>a</sup>

注: 同一列中不同小写字母表示组间具有显著性差异 ( $P < 0.05$ )。

### 2.2 单因素实验结果

#### 2.2.1 不同反应温度对蔗渣纤维素得率及含量影响

由图 1a 可以看出, 在反应条件为蔗渣样品 2 g、料液比 1:20 (g/g) (DES 加入量 40 g)、加热时间 3 h 时, 当反应温度处于 100 °C 附近时, 蔗渣纤维素得率最大, 纤维素含量最高, 当加热温度超过 100 °C 后, 蔗渣纤维素得率基本不变甚至略有下降。这可能是反应温度过高会使 DES 粘度和表面张力降低, 不利于渗透蔗渣纤维细胞, 木质素和半纤维素去除效率无法进一步提高。综合考虑能效, 决定采用 100 °C 为最佳反应温度<sup>[9]</sup>。

#### 2.2.2 不同质量分数碳酸钠溶液预处理对蔗渣纤维素得率及含量影响

图 1b 可以看出, 2 g 蔗渣样品先经 20% 质量分数碳酸钠溶液浸泡 24 h 进行预处理、然后反应条件为反应温度 100 °C、加热时间 3 h 时, 蔗渣纤维素得率最大, 纤维素质量分数最高。碱浸泡预处理可降低纤维素和半纤维素之间的氢键作用力, 同时将半纤维素和木质素之间酯键皂化, 破坏纤维化学键, 使纤维之间孔隙变大, 半纤维素溶解<sup>[17]</sup>, 当碳酸钠溶液质量分数超过 20% 后,

得率及质量分数下降, 可能是由于纤维素开始溶解在溶液中导致。

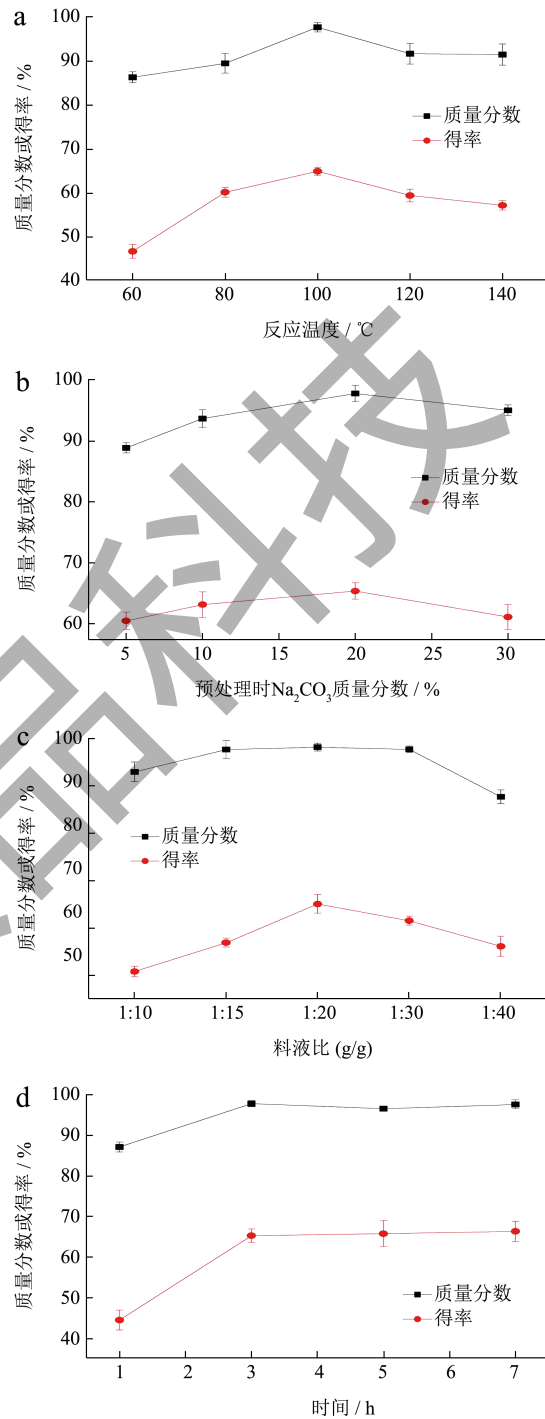


图 1 反应温度 (a)、预处理碳酸钠质量分数 (b)、料液比 (c)、反应时间 (d) 对纤维素质量分数及得率的影响

Fig.1 Effects of reaction temperature (a), mass concentration of sodium carbonate (b), material-liquid ratio (c), reaction time (d) on cellulose content and yield

#### 2.2.3 料液比对于蔗渣纤维素得率及含量影响

由图 1c 可知, 在反应条件为蔗渣样品 2 g、20% 碳酸钠溶液预处理、反应温度 100 °C、加热

时间 3 h 时, 在料液比为 1:10 升到 1:20 过程中, 得率不断升高, 当反应料液比在 1:20 附近时, 得率最大, 纤维素质量分数也达到最高, 超过 1:20 后得率和质量分数开始下降。高料液比不仅导致混合溶剂成本较高, 同时还会提高处理多余溶剂的难度及时间。综合评判选取料液比 1:20 为最佳提取料液比。

2.2.4 不同加热时间对蔗渣纤维素得率及含量影响

由图 1d 可以看出, 在反应条件为纤维素 2 g、20% 质量分数碳酸钠溶液预处理、料液比 1:20 (g/g)、加热温度 100 °C 时, 当加热时间处于 3 h 附近时, 得率已接近最大, 纤维素质量分数也达到最大, 当加热时间超过 3 h 后, 纤维素得率无明显上升。同时考虑反应时间过长会导致能源消耗, 确定最佳反应时间为 3 h。

2.3 响应面实验结果

2.3.1 回归模型的建立与分析

表 3 响应面实验数据

Table 3 Response surface experimental data

实验序号	A	B	C	Y/%
1	10	80	3	53.33
2	30	80	3	58.87
3	10	120	3	51.82
4	30	120	3	60.04
5	10	100	2	54.24
6	30	100	2	61.59
7	10	100	4	55.48
8	30	100	4	62.51
9	20	80	2	57.47
10	20	120	2	55.06
11	20	80	4	56.68
12	20	120	4	62.66
13	20	100	3	64.12
14	20	100	3	65.43
15	20	100	3	63.71
16	20	100	3	63.56
17	20	100	3	66.19

使用 Design-Expert 12 软件对表 3 数据进行多元回归分析, 得到的回归模型如下:

$$Y=64.60+3.52A+0.4038B+1.12C+0.67AB-0.08AC+2.10BC-4.05A^2-4.54B^2-2.10C^2$$

将表 3 数据进行多元回归分析, 得到的结果见表 4。

表 4 回归方程系数显著性检验表

Table 4 Test table of significance coefficients of regression equations

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	322.17	9	35.80	25.10	0.000 2	**
A	98.98	1	98.98	69.41	<0.000 1	**
B	1.30	1	1.30	0.914 4	0.370 8	
C	10.06	1	10.06	7.05	0.032 7	*
AB	1.80	1	1.80	1.26	0.298 8	
AC	0.025 6	1	0.025 6	0.018 0	0.897 2	
BC	17.60	1	17.60	12.34	0.009 8	**
A <sup>2</sup>	69.05	1	69.05	48.42	0.000 2	**
B <sup>2</sup>	86.68	1	86.68	60.78	0.000 1	**
C <sup>2</sup>	18.52	1	18.52	12.99	0.008 7	**
残差	9.98	7	1.43			
失拟误差	4.66	3	1.55	1.17	0.425 7	
纯误差	5.32	4	1.33			
总和	332.15	16				
R <sup>2</sup>	0.969 9					

注: \*\* 差异极显著 (P<0.01); \* 差异显著 (P<0.05)。

由表 4 数据可知, 回归模型极显著 (P=0.000 2 <0.01), 失拟误差不显著 (P=0.425 7 >0.05), 模型 R<sup>2</sup>=0.969 9, R<sup>2</sup><sub>adj</sub>=0.931 3, 说明回归模型极显著且拟合良好, 可以用该模型进行蔗渣纤维素的提取工艺优化。且由 F 值可知, 各因素对提取实验结果的影响大小顺序为 B<C<A, 即反应温度<反应时间<料液比。

2.3.2 响应面分析及优化

使用 Design-Expert 12 软件对表 4 数据进行多元回归分析, 得到的响应面和等高线图如图 2~4。

由图 2~4 可知, 料液比、反应温度和反应时间对纤维素含量的影响基本相同, 均呈先升后降趋势。由回归方程得到蔗渣纤维素的最佳提取工艺为料液比 1:24.44 (g/g), 反应温度 103.11 °C, 反应时间 3.337 h。考虑实验的可操作性, 将结果圆整为料液比 1:25 (g/g), 反应温度 103 °C, 反应时间 200 min, 预测值为 70.60%。并按上述实验条件重复三次纤维素提取以验证模型有效性,

提取值分别为 70.24%、70.58%、69.97%，平均值为 70.26%，与预测值大致一致，说明通过响应面法得到的提取条件可靠，方法高效，具备参考价值。

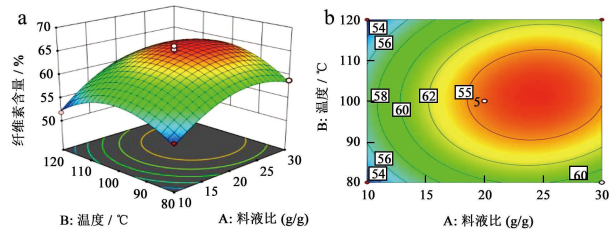


图 2 料液比和反应温度交互作用的响应面与等高线图

Fig.2 Response surface and contour diagram of the interaction between material-liquid ratio and reaction temperature

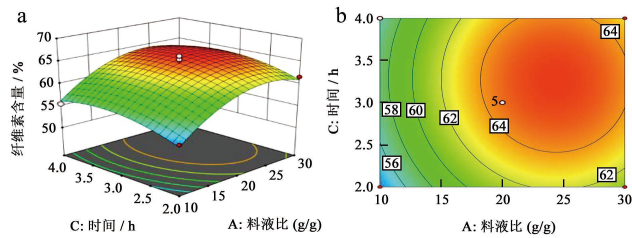


图 3 料液比和反应时间交互作用的响应面与等高线图

Fig.3 Response surface and contour diagram of the interaction between material-liquid ratio and reaction time

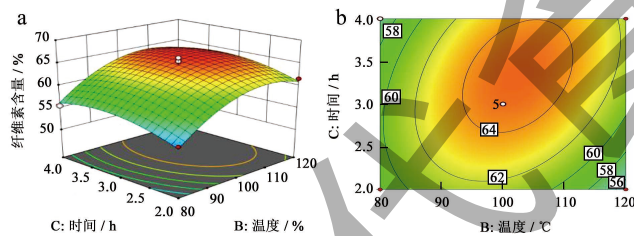


图 4 反应温度和反应时间交互作用的响应面与等高线图

Fig.4 Response surface and contour diagram of the interaction between reaction temperature and reaction time

## 2.4 纤维素结构表征及性能

### 2.4.1 SEM分析

扫描电镜观察蔗渣及不同提取方法获得的纤维素微观性状如图 5 所示，其中 a<sub>1</sub> 和 a<sub>2</sub> 是过 80 目筛蔗渣放大 500 × 和 2 000 × 结果、b<sub>1</sub> 和 b<sub>2</sub> 是酸提取蔗渣纤维素放大 500 × 和 2 000 × 结果，c<sub>1</sub> 和 c<sub>2</sub> 是 DES 提取蔗渣纤维素放大 500 × 和 2 000 × 结果，d<sub>1</sub> 和 d<sub>2</sub> 是预处理+DES 提取蔗渣纤维素放大 500 × 和 2 000 × 结果。

如图 5 所示，未经处理的蔗渣表面紧密并且结构较完整，经过不同方法提取的蔗渣纤维素表面凹

凸不平，均出现了椭圆形的孔洞结构。原因是在提取过程中蔗渣细胞壁结构受到破坏，表面覆盖的半纤维素及木质素降解，纤维素裸露出来发生聚集。测量其孔径尺寸数据见表 5，经过预处理和 DES 提取的蔗渣纤维素孔洞尺寸最大，结构致密，大小均匀且排列有序，更适合制备纳米纤维素等高附加值产品。

表 5 不同处提取方法纤维素的孔径尺寸

Table 5 Pore size of cellulose extracted by different methods ( $\bar{x} \pm S, \mu\text{m}$ )

样品	平均长径	平均短径
B	0.94 ± 0.31 <sup>c</sup>	0.51 ± 0.14 <sup>b</sup>
C	1.35 ± 0.53 <sup>b</sup>	0.68 ± 0.47 <sup>b</sup>
D	2.24 ± 0.38 <sup>a</sup>	1.44 ± 0.27 <sup>a</sup>

注：同一列中不同小写字母表示组间具有显著性差异 ( $P < 0.05$ )。

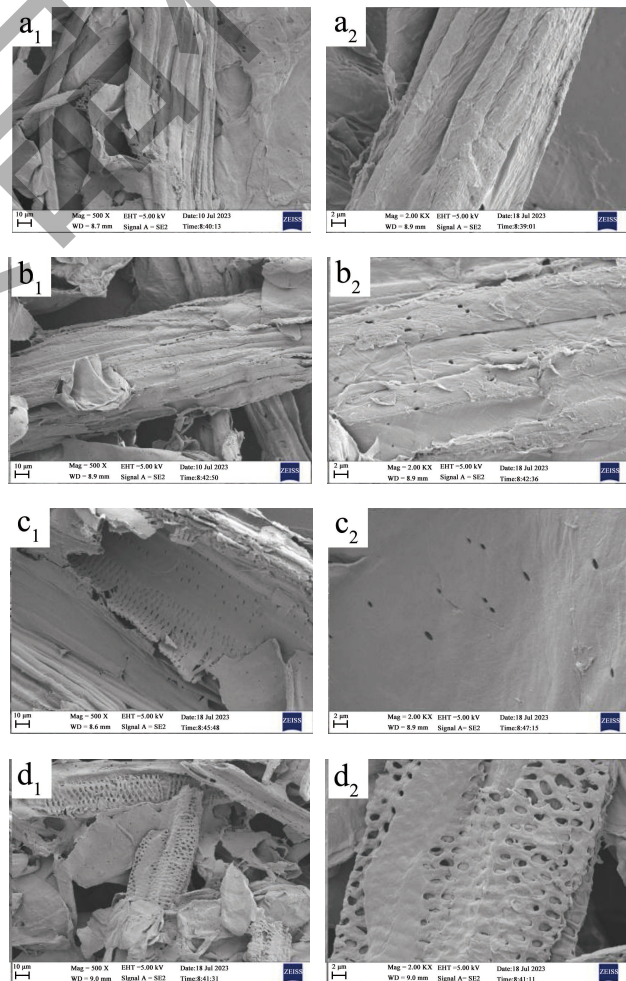


图 5 蔗渣和不同提取方法纤维素扫描电镜图  
Fig.5 SEM diagram of bagasse cellulose treated by DNS method

2.4.2 结晶结构分析

图6为不同纤维素样品XRD图。其中I为未处理蔗渣，II为酸提取处理蔗渣纤维素，III为DES提取处理得到纤维素，IV为20%质量分数碳酸钠预处理+DES料液比1:20、反应温度100℃、反应时间2h处理得到纤维素，V为20%质量分数Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>预处理+DES料液比1:25、反应温度103℃、反应时间200min处理得到纤维素。

表6 不同提取方法纤维素结晶度(%)

Table 6 Crystallinity of cellulose with different extraction methods

样品	I	II	III	IV	V
结晶度	32.87	47.30	54.23	60.27	65.95

从图6中可以看出经过不同条件处理的样品在X-射线衍射图谱 $2\theta = 15.75^\circ$ 、 $22.37^\circ$ 和 $34.71^\circ$ 均出现特征峰，但是特征峰并无变化发生。纤维素I型结构的典型晶面(110)、(002)和(004)的峰位在 $15.6^\circ$ 、 $22.5^\circ$ 和 $34.8^\circ$ 附近出现<sup>[18]</sup>。说明实验中的纤维素经过何种条件处理其晶型都没有发生变化，都属于I型纤维素。

但不同条件处理的蔗渣纤维素衍射强度不同，

衍射强度依次为： $V > IV > III > II > I$ 。根据纤维素结晶度计算公式得到各样品结晶度指数，见表6，可知I、II、V、III、IV样品的结晶度逐渐升高。表明经过预处理和DES提取能使纤维素结晶度增大，碳酸钠和DES可以破坏木质素和半纤维之间刚性连接，从而除去部分半纤维素和木质素，增加纤维素含量，纤维素结晶度提高。XRD结果显示实验中经过DES料液比1:25、反应温度103℃、反应时间200min的蔗渣中纤维素结晶度最高，和工艺摸索实验结果相印证。

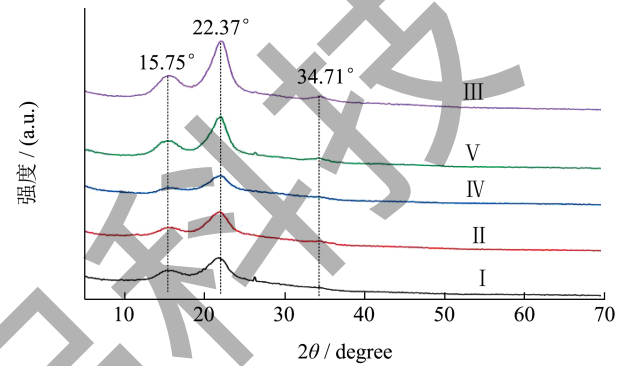


图6 不同处理方法纤维素 XRD 图  
Fig.6 XRD diagram of bagasse cellulose treated by DNS method

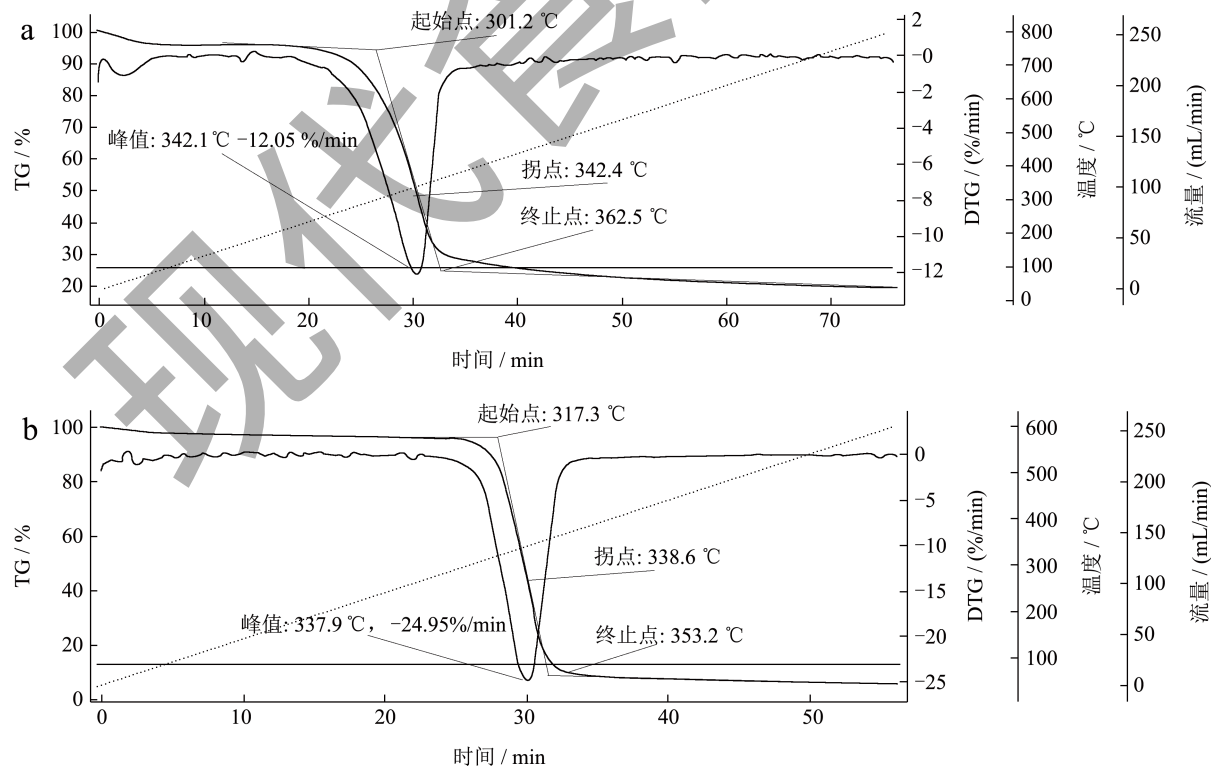


图7 蔗渣原样 (a) 和最佳工艺提取样品 (b) 热重分析

Fig.7 Bagasse (a) and optimal process extraction sample (b) thermogravimetric analysis

### 2.4.3 热重分析

在 60~310 °C 范围内, 只有少量纤维素发生热解, 在这个温度区间内质量损失很小, 主要是少量未除尽水分和一些易挥发性物质<sup>[19]</sup>, 几乎可以忽略不记, 如图 7 所示, 相比于蔗渣原样 (热分解温度为 301 °C), 经过处理的纤维素热分解温度 (317 °C) 有小幅上升。纤维素在 320~355 °C 之间热分解最为迅速, 此时大部分纤维素开始脱水裂解并生成挥发性物质。与蔗渣相比, 最佳工艺获得的纤维素最大热解速率明显提升 (24.95%/min), 蔗渣为 12.05%/min。温度上升至 355 °C 往后, 纤维素失重率很小最后趋于不变, 说明在此温度下只剩下了少量的纤维素继续热解<sup>[20]</sup>, 最后只剩下热解完残留的灰分。总体来看, 经过处理的纯化纤维素的热稳定性要高于未处理蔗渣, 这是由于蔗渣半纤维素、木质素及非结晶组分被大部分去除, 导致纤维素结晶度增加, 热稳定性变高。

### 3 结论

本研究采用预处理 +DES 提取法提取蔗渣纤维素, 通过单因素和响应面法进行优化, 获得最优工艺条件为: 采用 20% 质量分数碳酸钠浸泡 24 h 进行预处理、提取温度 103 °C、时间 200 min、料液比 1:25 (g/g), 在此条件下纤维素含量为 70.26%。对蔗渣纤维素的结构进行表征, 扫描电镜分析说明经过处理的蔗渣纤维素结构更加细密多孔; X-射线衍射分析说明提取方法并未使蔗渣纤维素晶型结构发生变化, 但可使结晶度提高; 热重分析说明蔗渣纤维素热分解温度 (317 °C) 较蔗渣高 (301 °C), 热稳定性变好。本研究可为高品质高附加值的蔗渣及纤维素开发和加工提供基础数据。

### 参考文献

[1] 吴海霞. 绿色化学视角下的甘蔗渣废弃物的再利用研究[J]. 内蒙古石油化工, 2021, 47(8): 5-8.  
[2] WANG Q, XIE C F, SHI C R, et al. Sugar product diversification and its opportunities in china [J]. Sugar Tech, 2022, 24(4): 1093-1106.  
[3] TORGBO S, QUAN V M, SUKYAI P. Cellulosic value-added products from sugarcane bagasse [J]. Cellulose, 2021, 28(9): 5219-5240.  
[4] 王林风, 程远超. 硝酸乙醇法测定纤维素含量[J]. 化学研

究, 2011, 22(4): 52-55.  
[5] 宋亭, 张丽媛, 于润众. 玉米秸秆纳米纤维素制备的工艺优化[J]. 现代食品科技, 2022, 38(4): 264-270.  
[6] YUN N H, JEON S W, LYO I W, et al. Preparation of cellulose fibers involves adding dried bagasse into vapor explosion device to enlarge gap of material structure of bagasse to produce crude fibers, adding e.g. polypropylene material grafted with maleic anhydride, and mixing [P]. Hyudai Motor Coltd, 2023, 8(10): 42301H.  
[7] ROCHA G, GONÇALVES AR, OLIVEIRA BR, et al. Steam explosion pretreatment reproduction and alkaline delignification reactions performed on a pilot scale with sugarcane bagasse for bioethanol production [J]. Crops Prod, 2012, 35: 274-279.  
[8] DE A, BONDANCIA TJ, CLARO PIC, et al. Enzymatic deconstruction of sugarcane bagasse and straw to obtain cellulose nanomaterials [J]. ACS Sustain Chemistry, 2020, 12(8): 2287-2299.  
[9] MARIA L DG, ANA R D, MANOJ B G. Editorial: Advances in the development and application of deep eutectic solvents [J]. Frontiers in Chemistry, 2023, 11: 1258718.  
[10] 洪元芳, 雷永伟, 安艳霞, 等. 不同类型低共熔溶剂预处理对玉米秸秆酶解效率的影响[J]. 现代食品科技, 2023, 39(7): 162-169.  
[11] 龚立. 基于低共熔溶剂纳米纤维素的提取及其湿度传感性能研究[D]. 杭州: 浙江理工大学, 2023.  
[12] CASANOVA F, FREIXO R, PEREIRA CF, et al. Comparative study of green and traditional routes for cellulose extraction from a sugarcane by-product [J]. Polymers, 2023, 15(5): 1251.  
[13] SANKHLA S, SARDAR H H, NEOGI S. Greener extraction of highly crystalline and thermally stable cellulose microfibrils from sugarcane bagasse for cellulose nano-fibrils preparation [J]. Carbohydrate Polymers, 2021, 251(1): 117030.  
[14] 孙鹏, 杜昀怡, 原续波, 等. 纳米纤维素在柔性传感器中的应用[J]. 生物医学工程学报, 2022, 39(1): 185-191.  
[15] 都宏霞, 刘宴秀, 严忠杰, 等. 超声波辅助-绿色低共熔溶剂提取茉莉花黄酮的工艺优化[J]. 现代食品科技, 2021, 37(1): 199-206.  
[16] 张肖肖, 娄瑞, 董继先, 等. 深度共熔溶剂在生物质精炼过程中的应用[J]. 纸和造纸, 2019, 38(3): 20-25.  
[17] HAN W S, GENG, Y H. Optimization and characterization of cellulose extraction from olive pomace [J]. Cellulose, 2023, 30: 4889-4903.  
[18] 杨靖雪, 郎金燕, 王娜, 等. 纤维素在深度共熔溶剂中的溶解性能[J]. 化工科技, 2020, 28(5): 16-21.  
[19] BIAN H X, YANG Y Y, TU P. Crystalline structure analysis of all-cellulose nanocomposite films based on corn and wheat straws [J]. Bio Resources, 2021, 16(4): 8353-8365.  
[20] CHO Y S, PARK H H, YUN S Y, et al. Cellulose nanowhisker-incorporated poly (lactic acid) composites for high thermal stability [J]. Fibers and Polymers, 2013, 14(6): 1001-1005.