

菠萝皮渣中纤维素和半纤维素的分离提取及结构表征

周端, 黄惠华

(华南理工大学轻工与食品学院, 广东广州 510640)

摘要: 本文利用碱性过氧化处理, 分离提取菠萝皮渣中纤维素和半纤维素组分, 得到 4 个不同纤维素组分 (C0、C1、C2、C3) 和 4 个半纤维素组分 (H1、H2、H3、H4)。利用红外光谱、离子色谱、热重分析、差示扫描量热分析对这些组分的结构进行表征。结果表明: 纤维素提取过程中, 碱性过氧化处理能有效去除原料纤维中的半纤维素和木质素, 离子色谱分析显示纤维素 C3 组分的葡萄糖含量达 93% 以上, 较 C0、C1、C2 有大幅度提升, 纯度显著提高; 热稳性分析表明纤维素 C3 在 335.8 °C 左右热解速率达到最大, 在 128.8 °C 处有一个的熔融放热峰。不同浓度碱液分步抽提半纤维样品总得率为 15.61%, 且 4 个半纤维素样品结构相似; 离子色谱分析表明菠萝皮渣中的半纤维素由木糖、阿拉伯糖、半乳糖和葡萄糖组成; 热稳定性分析表明半纤维 H3 在 285.2 °C 时热解速率达到最大, 在 124.5 °C 处出现很强的熔融放热峰。

关键词: 菠萝皮渣; 纤维素; 半纤维素; 分离提取; 结构表征

文章编号: 1673-9078(2016)10-78-83

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2016.10.013

Extraction and Structural Characterization of Celluloses and Hemicelluloses from Pineapple Peels

ZHOU Duan, HUANG Hui-hua

(Department of Food Sciences and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: Celluloses and hemicelluloses were isolated and extracted from pineapple peels by alkaline peroxide treatment, and four different kinds of cellulose fractions (C0, C1, C2, and C3) and four kinds of hemicellulose fractions (H1, H2, H3, and H4) were obtained. The structures of cellulose and hemicellulose were characterized by ion chromatography (IC), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), thermogravimetric (TG) analysis, and differential scanning calorimetry (DSC). The results showed that hemicellulose and lignin could be effectively removed by alkaline peroxide treatment. IC analysis indicated that the glucose content of cellulose fraction C3 was above 93%, showing a significantly higher purity than those of C0, C1, and C2. TG and DSC analysis showed that cellulose fraction C3 had a maximum decomposition rate at 335.8 °C and a melting exothermic peak at 128.8 °C. The total yield of four hemicellulose fractions was about 15.61%, and the four hemicellulose samples had similar structures. IC analysis indicated that the hemicelluloses in pineapple peels were composed of arabinose, glucose, galactose, and xylose. TG and DSC showed that hemicellulose H3 had a maximum pyrolysis rate at 285.2 °C and a strong melting exothermic peak at 124.5 °C.

Key words: pineapple peels; cellulose; hemicellulose; extraction; structural characterization

纤维素是植物细胞壁的重要组成成分, 主要来源于木材、棉花、亚麻等植物原料^[1-2]。纤维素是由 D-葡萄糖基以 β -1,4 糖苷键联接而成的链状高分子化合物, 纤维素链间存在强大的氢键作用, 结构高度有序,

收稿日期: 2015-11-19

基金项目: 国家自然科学基金项目 (31271978); 教育部博士点基金项目 (20120172110017)

作者简介: 周端 (1991-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品科学

通讯作者: 黄惠华 (1959-), 男, 博士生导师, 研究方向: 农产品加工与贮藏

形成结晶区域, 故而纤维素在常温下不能溶解于水、稀酸和稀碱等大多数普通溶剂^[3]。在植物细胞壁中纤维素通常和其他生物聚合物如半纤维素、木质素、果胶等交联在一起, 因此在提取纤维素时要不断纯化, 去除其中的半纤维素、木质素等其他组分^[4-5]。

半纤维素也是一种重要的壁多糖, 与纤维素不同, 半纤维素不是由一种单糖构成的均一聚多糖, 其主要结构单元包括 D-木糖, L-阿拉伯糖, D-半乳糖等中性糖和少量糖醛酸。不同原料和不同提取方法得到的半纤维结构也不尽相同, 结构单元和聚合度均有一定差

异^[6]。半纤维素可以分为水溶性半纤维素和碱溶性半纤维素,植物细胞壁中水溶性纤维素含量较低,大多数为碱溶性半纤维素,无结晶结构,整体结构强度较低^[7],因此常用碱液抽提法来分离提取植物原料中的半纤维素。

菠萝,又名凤梨,作为世界四大热带水果之一,产量巨大。菠萝皮渣则是菠萝加工过程中产生的主要废料,被丢弃在环境中,既造成大量的资源浪费,也会加剧环境污染程度。研究表明,菠萝皮渣中粗纤维含量高达 65%,主要包括纤维素和半纤维素^[8]。纤维素可以作为一种膳食纤维用于预防和治疗肥胖病、高血压、便秘等疾病;半纤维素近年来也被作为新型材料基质被广泛研究^[9-10]。因此分离提取菠萝皮渣中纤维素和半纤维素具有重要意义。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料及试剂

原料预处理:将市售菠萝皮清洗、打浆、洗涤去除其中的可溶性糖,然后用 100 目滤布过滤,于 50 °C 烘箱中烘干后粉碎,过 40 目筛后得到菠萝皮渣原纤维 C0,存于干燥器中,作为后续实验材料。

试剂:氢氧化钠 NaOH,分析纯,购自广州菲博生物科技有限公司;亚氯酸钠,分析纯,购自国药集团化学试剂有限公司;过氧化氢 H₂O₂,分析纯,购自广州菲博生物科技有限公司;盐酸 HCl,分析纯,购自天津市河东区红岩试剂厂;D-葡萄糖、D-半乳糖、D-木糖、D-甘露糖、L-阿拉伯糖,均为色谱纯,购自美国 Sigma 公司。

1.1.2 仪器与设备

戴安 ICS3000 离子色谱仪 BSA124S-CW (购自美国 Dionex 公司);Q 500 热重分析仪 (购自美国 TA 公司);Q 200 差示扫描热量分析仪 (购自美国 TA 公司);VERTEX-33 傅里叶变换红外光谱仪 (购自 Bruker Optik GMBH 公司);电子分析天平 (购自赛多利斯科学仪器北京有限公司);FW 177 中草药粉碎机 (购自天津泰斯勒有限公司);数显恒温水浴锅 (购自金坛市富华仪器有限公司);数显六联磁力搅拌器 (常州澳华仪器有限公司);PHS-25 pH 计 (购自上海仪电科学仪器股份有限公司);LGJ-10 冷冻干燥机 (购自北京松源华兴科技发展有限公司);SHA-B 恒温振荡器 (购自常州澳华仪器有限公司);高速冷冻离心机 JW-3021HR (购自安徽嘉文仪器装备有限公司);RE-52AA 旋转蒸发器 (购自上海鸭绒生化仪器厂)。

1.2 实验方法

1.2.1 纤维素和半纤维素的分离提取

纤维素和半纤维素的分离提取流程如下:菠萝皮渣原纤维 C0 经蒸馏水、2% NaOH、5% NaOH、10% NaOH 分步抽提,固液比为 1:20 (g/mL)、处理温度 75 °C、每一阶段处理时间为 3 h,四步抽提后过滤收集滤渣为菠萝皮渣纤维组分 C1,然后将 C1 用 7.5% (m/V) 的亚氯酸钠溶液,盐酸调节亚氯酸钠溶液 Ph 3.8~4.0,在 80 °C 处理 2 h 后洗涤、干燥得到纤维素组分 C2,而后再用碱性 (pH 11.5) H₂O₂ (1.5% m/V),在 80 °C 时进一步处理 2 h,得到纤维素组分 C3。

分步抽提后过滤所得滤液分别用 6 mol/L 的 HCl 调节 pH 至 5.5 (热水抽提不用调节 pH),减压浓缩至 30 mL 左右,然后将其缓慢倒入 4 倍体积的 95% 乙醇中,产生的絮状沉淀则为半纤维素粗品,离心分离后用 70% 的乙醇溶液反复洗涤,冷冻干燥得到纯化半纤维素样品 H1~H4。所有样品均保存于干燥器中备用。所有试验均重复两次,试验偏差小于 5%。

1.2.2 纤维素和半纤维素的含量测定

纤维素含量测定:硝酸乙醇法^[11]。

半纤维素含量测定:GB/T 2677.9-1994 造纸原料聚戊糖的测定方法^[11]。

1.2.3 纤维素和半纤维素的表征

1.2.3.1 红外光谱分析 (IR)

称取一定量粉末状样品,采用 KBr 压片法,将样品均匀分散于 KBr 中。红外光谱测定条件为:扫描波长范围 4000~400 cm⁻¹,扫描次数为 32 次,分辨率为 2 cm⁻¹,在透射模式下采集数据。

1.2.3.2 离子色谱分析 (IC)

利用离子色谱分析半纤维素的糖单元组成,样品预处理采用稀酸水解法进行,具体步骤简述如下:准确称取半纤维素组分 8.0 mg 于 2 mL 安培瓶中,在室温下加入 0.25 mL、72% 的硫酸进行浸渍 10 min 后加 1 mL 超纯水,密闭安培瓶,置于 105 °C 烘箱中水解 3 h,水解期间每隔 0.5 h 振荡一次,水解结束后将安瓶从烘箱移出,自然冷却后用 0.22 μm 水系滤头过滤,去除不溶物。此后用超纯水将滤液稀释 20 倍,移取 1.5 mL 进入色谱瓶待测。采用 L-阿拉伯糖、D-葡萄糖、D-木糖、D-半乳糖、D-甘露糖 5 种单糖标准溶液进行校准。分别配制浓度为 1×10⁻⁶、2×10⁻⁶、4×10⁻⁶、6×10⁻⁶、8×10⁻⁶ 和 10×10⁻⁶ 的 5 种单糖混标溶液,根据标准曲线计算各组分样品中单糖的含量。

离子色谱 (ICS-3000, Dionex, 美国) 测定条件为:选用 CarboPac™ PA 20 阴离子色谱交换色谱柱

(4×250 mm), 配备脉冲安培检测器(CAD), AS 50 自动进样器, 淋洗液为 200 mM NaOH, 进样体积为 25 μ L。实验用水均为超纯水, 载气为 N₂。单糖标样采用 200 mM NaOH 等浓度分离, 分离时间为 35 min, 流速为 0.5 mL/min。所有样品都重复两次测定, 最终结果取两次测定的平均值。

1.2.3.3 热重分析 (TG)

样品在检测前先在 105 °C 烘箱中干燥 2 h 以除去其表面吸附的水分。准确称取待测样品 8.0 mg, 测定过程在氮气保护下进行, 控制氮气流速为 30 mL/min, 升温速率 10 °C/min, 测定温度范围为室温至 600 °C。

表 1 不同处理阶段菠萝皮渣纤维素分析

Table 1 Analysis of the celluloses in pineapple peels at different processing stages

纤维素	处理条件				得率/%	纯度/%
	抽提试剂	温度/°C	时间/h	pH		
C1	不同浓度 NaOH	75	3	-	36.21±0.63	62.03±0.56
C2	7.5% NaClO ₂	80	2	3.8	27.43±0.58	88.94±0.47
C3	1.5% H ₂ O ₂	80	2	11.5	23.62±0.24	96.58±0.95

注: 得率: 分离得到的纤维素样品(g)/绝干原料(g); 纯度: 分离得到的纤维素样品中纤维素的含量。

表 2 不同浓度碱液抽提菠萝皮渣半纤维素分析

Table 2 Analysis of the hemicelluloses in pineapple peels after extraction using sodium hydroxide at different concentrations

半纤维素	处理条件			得率/%	纯度/%
	抽提试剂	温度/°C	时间/h		
H1	蒸馏水	75	3	2.18±0.12	51.43±0.25
H2	2% NaOH	75	3	3.52±0.09	60.47±0.58
H3	5% NaOH	75	3	7.48±0.28	71.38±0.82
H4	10% NaOH	75	3	2.43±0.07	76.25±0.91

注: 得率: 分离得到的半纤维素样品(g)/绝干原料(g); 纯度: 分离得到的纤维素样品中聚戊糖的含量。

菠萝皮渣原纤维经不同浓度碱液处理, 酸性亚氯酸钠处理和碱性过氧化氢漂白处理后纤维素组分得率如表 1 所示。由表 1 可以看出, 碱液处理和两次漂白处理后纤维素得率为 23.62%。随着处理过程的进行, 纤维素的纯度不断增加, 最终得到纤维素纯度高达 96.58%, 表明碱液处理和漂白氧化处理能够有效去除原料纤维中的半纤维、木质素等非纤维素组分。

菠萝皮渣原纤维经 75 °C 热水、2% NaOH、5% NaOH、10% NaOH 处理后 4 个半纤维素样品分析如表 2 所示。由表 2 可以看出, 4 个半纤维素样品占原料质量百分比分别为 2.18%、3.52%、7.48%、2.43%, 四步抽提所提取半纤维素总量占原料质量百分比为 15.61%。80 °C 热水抽提得到 2.18% 的半纤维素, 表明菠萝皮渣中有一小部分水溶性半纤维素, 当用碱液抽提时, 有大量半纤维素被抽提出来, 表明碱液是半纤维素良好溶剂, 当碱液浓度 5% 时, 半纤维素抽提量达到最大为 7.48%。碱液对半纤维素的溶解能力源自

1.2.3.4 差示扫描量热分析 (DSC)

准确称取 5~8mg 干燥样品置于样品坩锅中, 载气为 N₂, 升温速率 10 °C/min, 测定范围-30~300 °C。

1.2.4 数据统计分析

实验中的定量分析进行 3 次重复, 取平均值并计算标准偏差, 采用 SPSS18.0 统计分析软件进行方差分析。

2 结果与讨论

2.1 纤维素和半纤维素得率和纯度

于碱液中的氢氧根离子能够打断纤维素与半纤维素之间的氢键, 同时水解木质素与半纤维素之间的化学键, 从而有效地细胞壁中的半纤维素溶解出来^[12]。随着抽提碱液浓度的增加, 抽提得到的半纤维素样品的纯度也在不断增加, 由 51.43% 增加至 76.25%。

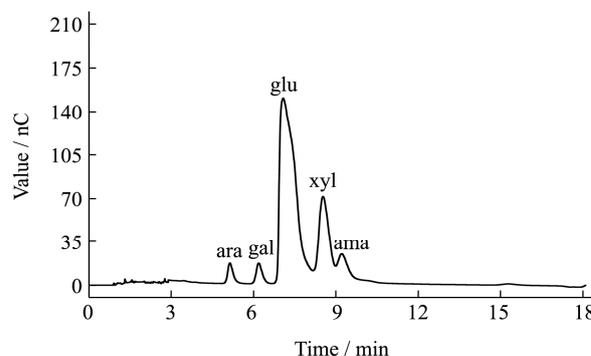


图 1 菠萝皮渣纤维素 C2 的离子色谱图

Fig.1 Ion chromatogram of cellulose C2 isolated from pineapple peels

提取的纤维素和半纤维素在分子结构及化学键上的变化。

菠萝皮渣不同处理阶段纤维素组分 C0、C1、C2、C3 的红外光谱图如图 2 所示, 3434 cm^{-1} 的吸收峰是 -OH 的伸缩振动, 2918 cm^{-1} 的吸收峰是甲基、亚甲基、次甲基中 C-H 的伸缩振动产生, 1638 cm^{-1} 的吸收峰是纤维素中吸附水的弯曲振动^[13]。菠萝皮渣原纤维 C0 在 1735 cm^{-1} 的吸收肩峰是来自半纤维素的乙酰基特征吸收峰^[14], 对比 C1 和 C0 发现, 经不同浓度碱液处理后纤维 C1 在 1735 cm^{-1} 的吸收峰消失, 说明碱液处理完全打断了纤维素之间的酯键连接, 半纤维素被有效去除。另外, 在 1516 cm^{-1} 处为木质素苯环骨架的振动, 是木质素的特征吸收峰, 由图可以看出未经处理的菠萝皮渣原纤维 C0 中在 1516 cm^{-1} 处有明显吸收峰^[7], 经过碱液、次氯酸钠和过氧化氢依次处理的菠萝皮渣纤维素 C1、C2 和 C3 中, 此处吸收峰消失, 说明木质素在纤维素分离过程中被有效脱除。 897 cm^{-1} 吸收峰是纤维素中葡萄糖 β -糖苷键连接的特征吸收峰^[15], 对比 C0、C1、C2、C3 可以发现, 在 897 处的吸收峰逐渐增强, 表明碱液处理和漂白处理使纤维素纯度不断提高。

菠萝皮渣半纤维素 H1、H2、H3、H4 的红外光谱分析如图 3 所示: 从图中可以看出, 3429 cm^{-1} 处的强吸收带来自 -OH 的伸缩振动, 2932 cm^{-1} 处的吸收峰来自于甲基和亚甲基的 C-H 伸缩振动。 1635 cm^{-1} 处的强吸收峰来自于吸附水的弯曲振动, 这是因为半纤维素具有很强的亲水性, 在固体状态下很容易吸附空气中水分^[16]。对比半纤维素 H1、H2、H3、H4, 可以看出 H2、H3、H4 这 3 个碱溶性半纤维素的大部分峰的形状和强度都非常相似, 表明这些碱溶性半纤维素组分在组成和结构上具有相似性, 而水溶性半纤维素 H1 在 1737 cm^{-1} 处有一个明显的乙酰基吸收峰, 碱溶性半纤维素 H2、H3、H4 在 1737 cm^{-1} 处的吸收峰消失, 说明碱性条件下抽提处理脱除了半纤维素的乙酰基。另外, 1045 cm^{-1} 的吸收峰是聚木糖的特征吸收峰, 表明菠萝皮渣半纤维素主要由聚木糖组成。在 897 cm^{-1} 处的吸收峰表明半纤维素中有 β -糖苷键的存在。

2.4 纤维素和半纤维素的热重分析 (TG)

通过热重分析来研究纤维素和半纤维素样品的热稳定性, 主要是根据质量的变化来测定材料的分解温度。研究表明: 不同材料的热稳定性主要与其结晶度相关, 结晶度越高, 材料的热稳定性越好。

前面分析表明菠萝皮渣中含有大量的碱溶性半纤维素, 且 3 个碱溶性半纤维素结构相似, 同时纤维素

C3 的纯度最高, 因此分别选用半纤维素 H3 和纤维素 C3 来研究菠萝皮渣纤维素和半纤维的热稳定性。

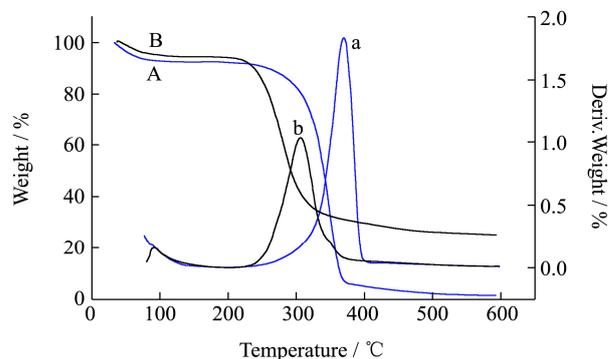


图 4 纤维素 C3 (A/a) 和半纤维素 H3 (B/b) 的热重分析图

Fig.4 Thermogravimetric analysis plot of cellulose fraction C3 (A/a) and hemicellulose fraction H3 (B/b)

由图 4 可以看出半纤维素和纤维素在 $50\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右出现了一个小的失重峰, 这可能是因为半纤维素和纤维素容易吸附水分, 此处的峰主要是吸附水的热分解造成的。温度进一步升高, 半纤维 H3 在 $230\sim 290\text{ }^{\circ}\text{C}$ 出现失重峰, 在 $285.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 分解速率达到最大; 纤维素 C3 在 $260\sim 340\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内出现失重平台, 在 $335.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 是分解速率达到最大。在 $375\sim 430\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内, 木质素会发生降解, 产生失重峰^[18]。由图可以看出纤维素和半纤维素在 $375\sim 430\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内均未出现失重峰, 表明在提取纤维素和半纤维素过程中, 木质素已被完全去除。这与前面的红外光谱分析相一致。较纤维素而言, 半纤维素热分解后的残留量较高, 为 20% 左右, 这部分残重一部分是来自于半纤维素自身的分解产物重量, 另外一部分可能是在碱液抽提半纤维素的过程当中残留了少量的钠盐, 钠盐在高温下不分解, 导致其残余重量较大。

2.5 纤维素和半纤维素的差示扫描量热分析

(DSC)

差示扫描量热分析是通过物质的热量变化与温度之间的关系, 来分析热对材料结构的影响。

纤维素 C3 (a) 和半纤维素 (b) H3 的差示扫描量热分析如图 5 所示: 由图可以看出, 纤维素 C3 和半纤维素 H3 在 $-27.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处均出现一个小的吸热峰, 这是纤维素和半纤维样品在测定过程中的升温吸热峰。纤维素 C3 在 $128.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处有一个的熔融放热峰, 破坏纤维素内部的结晶结构。半纤维素 H3 在 $124.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处出现很强的熔融放热峰, 在 $285.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 有一个吸热峰, 这可能是半纤维素在高温状态下吸热分解产生的, 这与前面半纤维素的热重分析结果相一致。

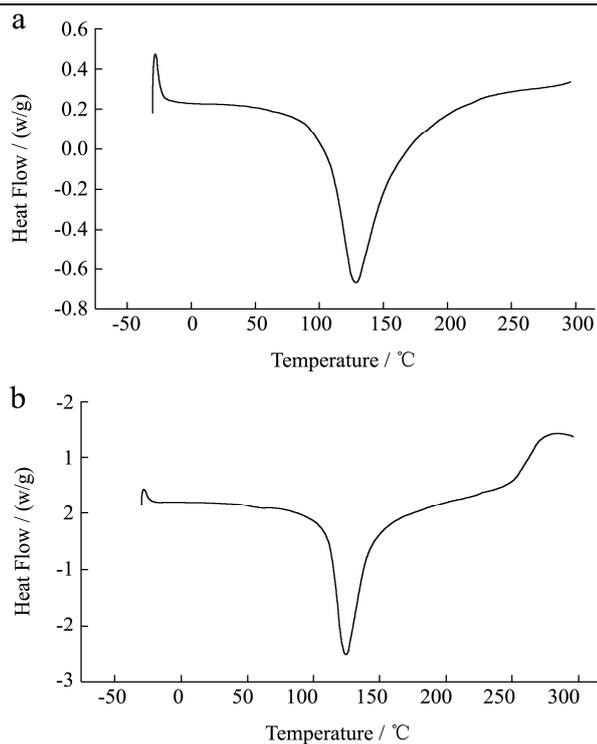


图 5 纤维素 C3 (a)、半纤维素 H3 (b) 的差示扫描量热分析图 (DSC)

Fig.5 Differential scanning calorimetry plots of cellulose fraction C3 (a) and hemicellulose fraction H3 (b)

3 结论

3.1 通过对菠萝皮渣不同程度的碱处理,成功提取出 4 个半纤维素组分,并且对皮渣粗纤维素进一步处理得到 4 个不同处理阶段纤维素组分。纤维素提取过程中,碱液处理和两次过氧化漂白处理能有效去除原料纤维中的半纤维素和木质素,提取率为 23.6%,离子色谱分析显示纤维素 C3 的葡萄糖含量达 93%以上,纯度较高。热稳性分析表明纤维素 C3 在 335.8 °C 左右热解速率达到最大,在 128.8 °C 处有一个的熔融放热峰。

3.2 80 °C 热水、2% NaOH、5% NaOH、10% NaOH 分步抽提得到占样品原料 15.61% 的半纤维样品,四个半纤维素样品结构相似。离子色谱分析表明菠萝皮渣半纤维素由木糖、阿拉伯糖、半乳糖和葡萄糖组成,未检测到甘露糖。半纤维素提取过程中随着碱液浓度的提高,更多分支较少的半纤维被提取出来。热稳性分析表明半纤维 H3 在 285.2 °C 时热解速率达到最大,在 124.5 °C 处出现很强的熔融放热峰。

参考文献

[1] Kargarzadeh H, Ahmad I, Abdullah I, et al. Effects of

hydrolysis conditions on the morphology crystallinity and thermal stability of cellulose nanocrystals extracted from kenafbast fibers [J]. Cellulose, 2012, 19: 855-866

[2] Martínez-Sanz M, Villano M, Oliveira C, et al. Characterization of polyhydroxyalkanoates synthesized from microbial mixed cultures and of their nanobiocomposites with bacterial cellulose nanowhiskers [J]. New Biotechnology, 2014, 31(4): 364-376

[3] Martínez-Sanz M, Vicente A A, Gontard N, et al. On the extraction of cellulose nanowhiskers from food by-products and their comparative reinforcing effect on a polyhydroxybutyrate-co-valerate polymer [J]. Cellulose, 2014, 22(1): 535-551

[4] Lu P, Hsieh Y L. Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from rice straw. [J]. Carbohydrate Polymers, 2012, 87(1): 564-573

[5] Maryam R, Rabi B. Effect of cellulose characteristic and hydrolyze conditions on morphology and size of nanocrystal cellulose extracted from wheat straw [J]. International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials, 2011, 60(8): 529-541

[6] Scheller H V, Ulvskov P. Hemicelluloses [J]. Annual Review of Plant Biology, 2010, 61(4): 263-289

[7] Yang H, Yan R, Chen H, et al. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis [J]. Fuel, 2007, 86(12-13): 1781-1788

[8] 吴靖,黄惠华.菠萝皮渣半纤维素多糖提取纯化及性质研究 [J].食品与发酵工业,2009,33(9):142-146

WU Jing, HUANG Hui-hua. Extraction, purification and properties researches of hemi-cellulose polysaccharides from pineapple peel [J]. Food and Fermentation Industry, 2009, 33(9): 142-146

[9] Rivas S, Conde E, Moure A, et al. Characterization, refining and antioxidant activity of saccharides derived from hemicelluloses of wood and rice husks [J]. Food Chemistry, 2013, 141(1): 495-502

[10] Peng F, Peng P, Xu F, et al. Fractional purification and bioconversion of hemicelluloses [J]. Biotechnology Advances, 2012, 30(4): 879-903

[11] 石淑兰,何福望.制浆造纸分析与检测[M].北京:中国轻工出版社,2006

SHI Shu-lan, HE Fu-wang. Analysis and detection of pulp and paper [M]. Beijing: China Light Industry Press, 2006

[12] Bergmans M, Beldman G. Optimisation of the selective extraction of (*glucurono*) arabinoxylans from wheat bran: use

- of barium and calcium hydroxide solution at elevated temperatures [J]. *Journal of Cereal Science*, 1996, 23(3): 235-245
- [13] Sun X F, Sun R C, Tomkinson J, et al. Isolation and characterization of lignins, hemicelluloses, and celluloses from wheat straw by alkaline peroxide treatment [J]. *Cellulose Chemistry and Technology*, 2003, 37(3-4): 283-304
- [14] Sun X F, Xu F, Sun R C, et al. Characteristics of degraded cellulose obtained from steam-exploded wheat straw [J]. *Carbohydrate Research*, 2005, 340(1): 97-106
- [15] Sun J X, Sun X F, Zhao H, et al. Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse [J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2004, 84(2): 331-339
- [16] M Kačuráková, P Capek, V Sasinková, et al. FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2000, 43: 195-203
- [17] Wedig C L, Jaster E H, Moore K J. Hemicellulose monosaccharide composition and *in vitro* disappearance of orchard grass and alfalfa hay [J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 1987, 35(2): 214-218
- [18] Sanchez-Silva L, López-González D, Villaseñor J, et al. Thermogravimetric-mass spectrometric analysis of lignocellulosic and marine biomass pyrolysis [J]. *Bioresource Technology*, 2012, 109(2): 163-172