

沙蒿微晶纤维素制备工艺及性质研究

Preparation and properties of microcrystalline cellulose from *Artemisia*

温俊峰^{1,2} 刘 侠¹ 李 霄¹

WEN Jun-feng^{1,2} LIU Xia¹ LI Xiao¹

(1. 榆林学院化学与化工学院, 陕西 榆林 719000; 2. 榆林市农产品深加工重点实验室, 陕西 榆林 719000)

(1. School of Chemistry and Chemical Engineering, Yulin University, Yulin, Shaanxi 719000, China;

2. Yulin Key Laboratory of Deep Processing of Agricultural Products, Yulin, Shannxi 719000, China)

摘要:采用酸水解法制备沙蒿微晶纤维素(MCC),通过单因素试验考察了料液比、盐酸浓度、酸解温度、酸解时间各因素对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响,利用响应面法优化沙蒿 MCC 的制备工艺,并对制备的 MCC 进行了结构性能分析。得到最佳 MCC 制备条件为:料液比 1:30 (g/mL),盐酸质量分数 15%,酸解温度 70 ℃,酸解时间 60 min。该条件下,沙蒿 MCC 的得率为 85.14%,聚合度为 182.7,结晶度为 72.85,膨胀力为 12.5 mL/g,持水力为 13.875 g/g,其性能良好,是理想的膳食纤维。

关键词:沙蒿;微晶纤维素;酸水解法;性能

Abstract: The Micro-Crystalline Cellulose (MCC) was prepared by acid hydrolysis method from *Artemisia*. The effects of solid to liquid, concentration of hydrochloric acid, temperature of acid hydrolysis and time of acid hydrolysis on the yield and degree of polymerization of *Artemisia* MCC were studied by single factor experiment. The preparation process of MCC was optimized by response surface methodology, and the structure and properties of the microcrystalline cellulose were analyzed. The optimum preparation conditions of MCC were as followed: ratio of solid to liquid 1:30 (g/mL), concentration of hydrochloric acid 15%, temperature of acid hydrolysis 70 ℃, and time of acid hydrolysis 60 min. Under the optimum conditions, the yield of MCC is 85.14%, the degree of polymerization is 182.7, the crystallinity is 72.85, the swelling power is 12.5 mL/g, and the hydraulic capacity is 13.875 g/g. The obtained *Artemisia* MCC has good properties, and is an ideal dietary fiber.

Keywords: artemisia; microcrystalline cellulose; acid hydrolyzation; preparations

微晶纤维素(MCC)是天然纤维素解聚到极限聚合度得到的产物,通常为无臭、无味的短棒状或粉末状多孔状颗粒^[1-4],聚合度一般为 15~375。MCC 具有比表面积大、聚合度高、结晶度高、吸水质高及化学反应活性大等特点,广泛应用于食品、医药、化妆品等工业^[5]。在食品行业中,MCC 可用作膳食纤维,也可用作食品添加剂,如食品分散剂、稳定剂、悬浮剂等^[6]。MCC 由天然纤维素经化学水解法、生物酶法、物理机械法^[7]得到,化学水解法操作简便、MCC 得率高,是常用的 MCC 制备方法。目前,由甘蔗渣^[8]、菊芋秸秆^[9]、芦苇浆粕^[10]、石榴皮^[11]、芦笋茎秆^[12]、沙棘^[13]等原料均通过酸水解法得到了理想的微晶纤维素,但以沙蒿制备微晶纤维素鲜有文献报道。

黑沙蒿(*Artemisia*)又名沙蒿、油蒿,菊科蒿属植物,主要分布于中国陕西、内蒙古、新疆、宁夏和甘肃等地,是沙漠地区防风固沙的先锋植物^[14]。黑沙蒿药用价值高,全草均可入药,可治疗风湿性关节炎、感冒头痛、咽喉肿痛、治尿闭症等疾病^[15]。黑沙蒿还可用于食品工业,沙蒿籽胶是良好的食品添加剂^[16],沙蒿茎叶粗纤维含量高(29.39%)^[17],是潜在的膳食纤维资源。近年来,沙蒿飞播面积不断扩大,截至 2016 年,榆林地区黑沙蒿保存面积约 2.67×10^5 hm²,而毗邻的鄂尔多斯地区黑沙蒿面积约 2.53×10^6 hm²^[18],资源丰富。黑沙蒿生长期间需进行平茬更新复壮^[19],平茬沙蒿枝条利用不充分,造成资源浪费。

本试验拟以黑沙蒿为原料,通过酸水解法制备微晶纤维素,优化制备工艺,并研究黑沙蒿微晶纤维素的性能,以期在黑沙蒿的开发应用提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

沙蒿:采自陕西神木;

无水乙醇、硝酸、盐酸、硫酸铜、氨水、氢氧化钠、乙二胺:

基金项目:陕西省工业科技攻关项目(编号:2016GY-245);陕西省榆林市科技局产学研项目(编号:2015LXY21)

作者简介:温俊峰(1978—),女,榆林学院副教授,硕士。

E-mail:wenjf_72@163.com

收稿日期:2018-03-07

分析纯。

1.1.2 主要仪器

高速万能粉碎机:FW-100D 型,天津鑫博得仪器有限公司;

电子分析天平:GA1003 型,上海上平仪器公司;

数控超声波清洗器:KQ2200DV 型,昆山市超声仪器有限公司;

磁力加热搅拌器:78-1 型,重庆吉祥教学实验设备有限公司;

场发射电子显微镜:SIGMA 300 型,德国卡尔蔡司公司;

傅立叶变换红外光谱仪:IR Prestige-21 型,日本岛津公司;

X 射线衍射仪:GEOLGEM2011 型,日本电子公司;

同步热分析仪:LABSYS EVO 型,法国塞塔拉姆公司。

1.2 试验方法

1.2.1 沙蒿 MCC 制备

(1) 原料预处理:沙蒿枝除杂、清洗、烘干、粉碎,过 60 目筛,以料液比 1:10 (g/mL)用蒸馏水浸泡 24 h(脱色),过滤,低温烘干,备用。

(2) 纤维素提取:采用硝酸—乙醇法提取沙蒿纤维素。具体方法,取沙蒿粉 6 g,加入 150 mL 体积比为 1:4 的硝酸—乙醇混合液,100 ℃回流 8 h,至固体变白。冷却后过滤,热水洗涤至中性,再用 95%的乙醇洗涤 3 次,于 70 ℃烘干。

(3) MCC 制备:称取 1 g 沙蒿纤维素,加入不同浓度、不同体积的盐酸,加热回流,酸解一定时间后,冷却、抽滤,醇洗,干燥,粉碎,得沙蒿 MCC。

1.2.2 MCC 得率与聚合度测定方法 沙蒿 MCC 得率按式(1)计算:

$$Y = \frac{m_1}{m_2} \times 100\%, \tag{1}$$

式中:

Y——沙蒿 MCC 得率,%;

m_1 ——沙蒿 MCC 质量,g;

m_2 ——沙蒿纤维素质量,g。

按 GB/T 1548—2004 法测定黏度,通过聚合度与黏度之间的关系,计算聚合度。

1.2.3 单因素试验设计 固定其它试验条件,分别考察料液比、盐酸浓度、酸解时间和酸解温度对 MCC 得率与聚合度的影响。

(1) 料液比:在盐酸质量分数为 12%,酸解温度 70 ℃,酸解时间 60 min 时,考察料液比[1:15,1:20,1:25,1:30,1:35 (g/mL)]对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响。

(2) 盐酸浓度:在料液比 1:30 (g/mL),酸解时间 60 min,酸解温度 70 ℃时,考察不同盐酸浓度(6%,9%,12%,15%,18%)对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响。

(3) 酸解时间:在料液比 1:30 (g/mL),盐酸质量分数 15%,酸解温度 70 ℃时,考察酸解时间(30,60,90,120,150 min)对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响。

(4) 酸解温度:在料液比为 1:30 (g/mL),盐酸质量分数 15%,酸解时间 60 min 时,考察酸解温度(30,50,70,90,110 ℃)对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响。

1.2.4 响应面(RSM)试验设计 参考单因素试验结果,选取料液比、盐酸浓度、酸解时间、酸解温度为试验因素,利用 Design Expert 8.06 软件设计四因素三水平试验方案。以沙蒿 MCC 得率为指标,分析试验结果,确定各因素对沙蒿 MCC 得率的影响程度及各因素之间的交互作用,优化试验条件,得到沙蒿 MCC 制备的最佳工艺条件。

1.2.5 MCC 性能分析

(1) 结构表征:采用场发射电子显微镜(SEM)观察样品形貌,傅立叶变换红外光谱仪(FT-IR)分析官能团结构,X 射线衍射仪(XRD)分析晶体结构与结晶度,同步热分析仪分析样品热性能。

(2) 持水力与溶胀性分析:参照文献[20]。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 料液比的影响 由图 1 可以看出,随溶济增加沙蒿 MCC 得率先增大后减小,在料液比为 1:30 (g/mL)时得率最高,而聚合度随溶济增加逐渐下降,在料液比为 1:30 (g/mL)时达到最低点,之后趋于稳定。盐酸体积的增加,有利于纤维素颗粒与水解液充分接触,纤维素无定形区氢键可充分水解,因而 MCC 得率增加,聚合度减小;当盐酸体积增加到一定值时,聚合度达到极限平衡状态,再增大盐酸体积,聚合度保持不变,而随着盐酸用量的增加,部分纤维素的结晶区糖苷键会水解为葡萄糖,使沙蒿 MCC 得率降低。

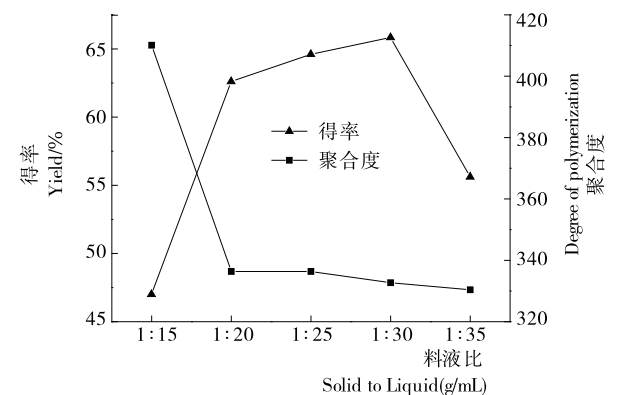


图 1 料液比对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响
Figure 1 Effect of solid-to-liquid on yield and degree of polymerizationof (DP) of Artemisia

2.1.2 盐酸浓度的影响 从图 2 可以看出,随着盐酸浓度的增大,沙蒿 MCC 的得率先逐渐增大后减小,聚合度逐渐减小。这是因为随着盐酸浓度的增大,纤维素的水解速率加快、水解程度增加,盐酸浓度达到 15%时,纤维素水解为微晶纤维素,沙蒿 MCC 得率最高,水解达到平衡聚合度,之后由于结晶区水解导致葡萄糖的生成,得率下降,而聚合度不受影响,无明显变化。

2.1.3 酸解时间的影响 根据图 3 可以看出,随着酸解时间

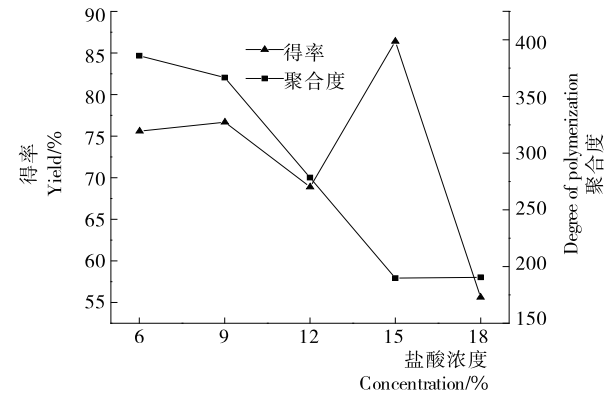


图 2 盐酸浓度对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响
Figure 2 Effect of acid concentration on yield and degree of polymerizationof (DP) of Artemisia

的延长沙蒿 MCC 得率先增大后减小,聚合度逐渐减小至恒定;在酸解时间为 60 min 时得率最高,聚合度适中。过长的反应时间会使沙蒿 MCC 得率显著降低,这是因为酸解时间过长,纤维素无定形区被水解,结晶区也会受到较大程度破坏,导致纤维素过度水解,得率下降。

2.1.4 酸解温度的影响 由图 4 可知,随着酸解温度的升高,沙蒿 MCC 得率逐渐增大,在酸解温度为 70 ℃ 时得率达到最高点,之后逐渐下降;聚合度随着酸解温度的升高逐渐

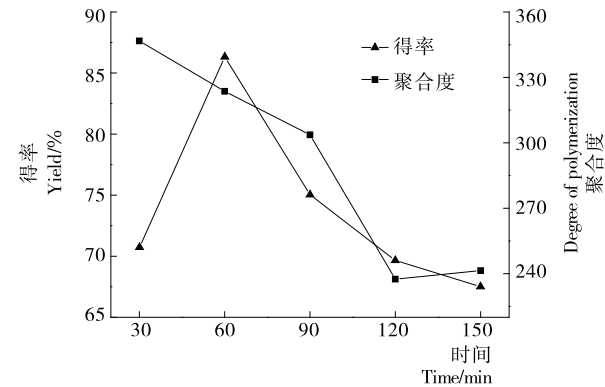


图 3 酸解时间对沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响
Figure 3 Effect of time on yield and degree of polymerizationof (DP) of Artemisia

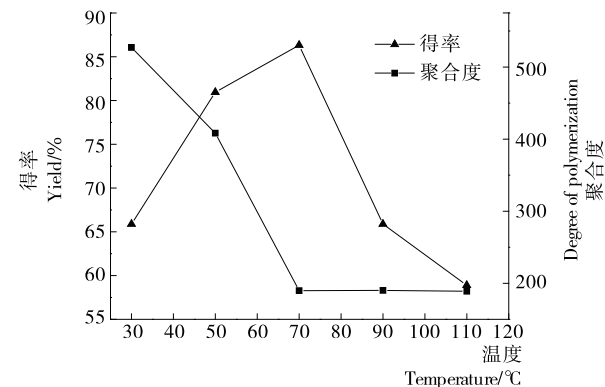


图 4 酸解温度时沙蒿 MCC 得率与聚合度的影响
Figure 4 Effect of temperature on yield and degree of polymerizationof (DP) of Artemisia

减小,70 ℃ 后趋于稳定。这是因为随着水解温度的升高,天然纤维素分子无定形区糖苷键断裂数增多,当酸解温度为 70 ℃ 时,已全部水解至 MCC,达到水解极限平衡态,继续升高温度,聚合度变化不明显。但是继续增大温度,水解程度逐渐加剧,MCC β -1,4 糖苷键断裂,被水解为溶解态葡萄糖数量增加,故使 MCC 得率减小。

2.2 响应曲面试验

2.2.1 模型的建立及其试验结果 在综合分析单因素试验结果的基础上,经 Box-Behnken 设计的四因素三水平的试验方案见表 1,所选取的因素水平保证其在最佳水解条件范围内,试验方案及结果见表 2。

表 1 响应面试验因素与水平				
Table 1 Factors and levels in response surface experiment				
水平	A 液料比 (mL/g)	B 盐酸浓度/ %	C 时间/ min	D 温度/ ℃
-1	25	12	40	60
0	30	15	60	70
1	35	18	80	80

表 2 响应曲面试验设计及试验结果					
Table 2 Response surface design arrangement and experimental results					
序号	A	B	C	D	得率/%
1	0	1	0	-1	67.50
2	0	0	0	0	86.40
3	-1	0	0	-1	65.88
4	0	0	-1	-1	63.72
5	0	0	0	0	80.40
6	0	-1	0	-1	61.02
7	1	0	-1	0	65.88
8	-1	0	1	0	59.40
9	0	-1	0	1	62.10
10	1	0	0	1	58.32
11	0	0	1	1	62.10
12	0	1	0	1	49.14
13	0	0	0	0	85.70
14	-1	-1	0	0	64.62
15	1	-1	0	0	55.62
16	0	0	0	0	87.40
17	-1	0	-1	0	61.02
18	0	-1	-1	0	62.64
19	0	1	1	0	57.78
20	-1	1	0	0	57.24
21	0	-1	1	0	63.18
22	0	0	-1	1	67.50
23	1	0	1	0	54.54
24	1	0	0	-1	62.10
25	0	0	1	-1	77.22
26	1	1	0	0	64.26
27	0	0	0	0	88.40
28	-1	0	0	1	65.88
29	0	1	-1	0	63.72

采用 Design Expert 8.06 软件对表 2 中的试验数据进行二次线性回归拟合,得到沙蒿 MCC 得率(Y)对液料比、盐酸浓度、酸解时间、酸解温度的二次多项回归模型方程:

$$Y=85.66-1.11A-0.80B-0.86C-2.70D+4.01AB-2.43AC-0.95AD-1.62BC-4.86BD-4.73CD-13.17A^2-13.91B^2-10.18C^2-9.70D^2。$$

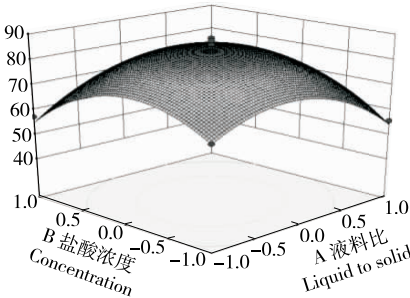
2.2.2 显著性分析 表 3 为以沙蒿 MCC 得率为指标经拟合后得到的方差分析结果。

由表 3 分析结果可知,回归模型 $P<0.0001$,方差模型为极为显著。一次项 D 的 $P<0.05$,表明酸解温度对沙蒿 MCC 得率的线性关系较为显著,其他项表现为不显著。其中二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 、 D^2 表现为差异极显著($P<0.0001$)。交互项 BD、CD 表现为差异显著($P<0.05$),AB、AC、AD、BC 表现为差异不显著($P>0.05$)。失拟项 P 为 $0.3102>0.05$,不显著,说明响应曲面设计试验拟合回归方程具有显著意义。拟合得到模型精密密度为 $11.5212>4$,表明该模型拟合度和可信度很高可以用于预测^[21]。复相关系数为 0.9305 ,说明相关性较好。校正决定系数为 0.8611 ,说明 86.11% 试验数据的变异性可用上述回归模型解释。

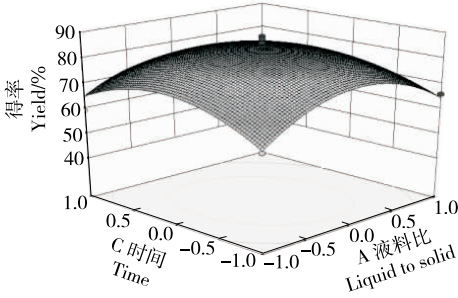
2.2.3 响应曲面分析 分析了液料比、盐酸浓度、酸解时间和酸解温度对沙蒿微晶纤维素得率的交互作用影响,其响应曲面图见图 5。

图 5 显示了各因素之间交互作用对响应值的影响情况,响应曲面图开口均向下,说明在试验条件下,响应值即 MCC 得率有最大值,各试验因素对 MCC 得率的影响是先增大后减小。比较而言,图 5(e)、(f)对应的等高线图接近椭圆形,交互影响比较显著,即盐酸浓度和酸解温度、酸解时间和酸解温度两两的交互作用比较显著。图 5(a)~(d)的等高线图更接近圆形,即液料比和盐酸浓度、液料比和酸解时间、液料比和酸解温度、盐酸浓度和酸解时间两两的交互作用不明显。

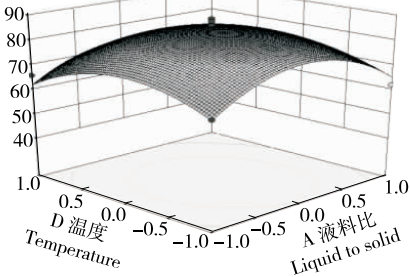
2.2.4 响应曲面优化工艺结果 通过响应曲面优化结果,得到制备沙蒿 MCC 的最优工艺为:料液比为 $1:29.50$ (g/mL),盐酸浓度为 14.96% ,酸解时间为 60.10 min,酸解温度为 $70.12\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,理论 MCC 得率为 85.62% 。考虑到实际操作条件,将其调整为:料液比取 $1:30$ (g/mL),盐酸浓度取 15% ,酸解时间取 60 min,酸解温度取 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在此最优条件下制备 MCC,最终测定沙蒿 MCC 得率为 85.14% ,聚合度为 182.7 。



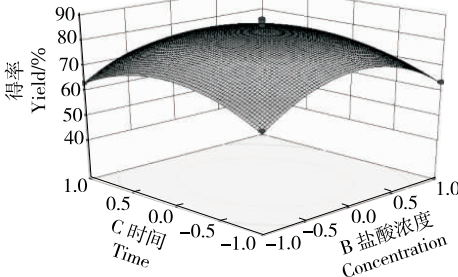
(a) 液料比和盐酸浓度对MCC得率影响的响应面



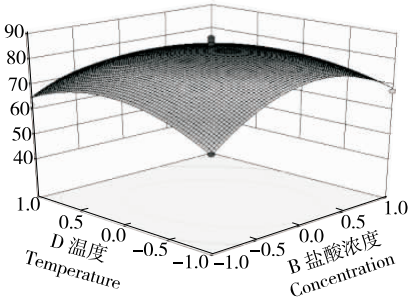
(b) 液料比和时间对MCC得率影响的响应面



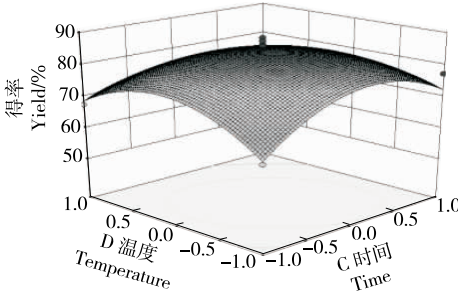
(c) 液料比和温度对MCC得率影响的响应面



(d) 盐酸浓度和时间对MCC得率影响的响应面



(e) 盐酸浓度和温度对MCC得率影响的响应面



(f) 时间和温度对MCC得率影响的响应面

图 5 各因素交互作用对沙蒿 MCC 得率的影响

Figure 5 Effect of interaction of various factors on MCC yield of Artemisia

表 3 沙蒿 MCC 得率回归模型方差分析结果

Table 3 Analysis of variance (ANOVA) for the response surface quadratic model of yield

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	2 791.829	14	199.416	13.397 81	<0.000 1	***
A	14.785	1	14.785	0.993 35	0.335 8	
B	7.584	1	7.584	0.509 55	0.487 1	
C	8.772	1	8.772	0.589 37	0.455 4	
D	87.480	1	87.480	5.877 35	0.029 5	*
AB	64.160	1	64.160	4.310 60	0.056 8	
AC	23.619	1	23.619	1.586 89	0.228 4	
AD	3.572	1	3.572	0.239 99	0.631 8	
BC	10.498	1	10.497	0.705 28	0.415 1	
BD	94.478	1	94.478	6.347 54	0.024 5	*
CD	89.302	1	89.302	5.999 80	0.028 1	*
A ²	1 124.647	1	1 124.647	75.559 52	<0.000 1	***
B ²	1 255.058	1	1 255.058	84.321 21	<0.000 1	***
C ²	671.550	1	671.550	45.118 16	<0.000 1	***
D ²	610.628	1	610.628	41.025 12	<0.000 1	***
残项	208.380	14	14.884			不显著
失拟项	169.628	10	16.963	1.750 90	0.310 2	
净误差	38.752	4	9.688			
总差	3 000.208	28				
校正系数	R ² =0.930 5		R ² Adj=0.861 1			

† *** 为差异极显著(P<0.001); ** 为差异高度显著(P<0.01); * 为差异显著(P<0.05)。

2.3 沙蒿 MCC 表征

2.3.1 扫描电镜(SEM)分析 图 6(a)、(b)分别为沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 放大 600 倍的图像,从中可以看出,沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 呈棒状结构,沙蒿 MCC 形状较为均匀,且长度变短,经放大 1 000 倍后[图 6(c)]可观察到表面结构较粗糙、疏松,比表面积增大,从而达到 MCC 许多物化性能的提高。

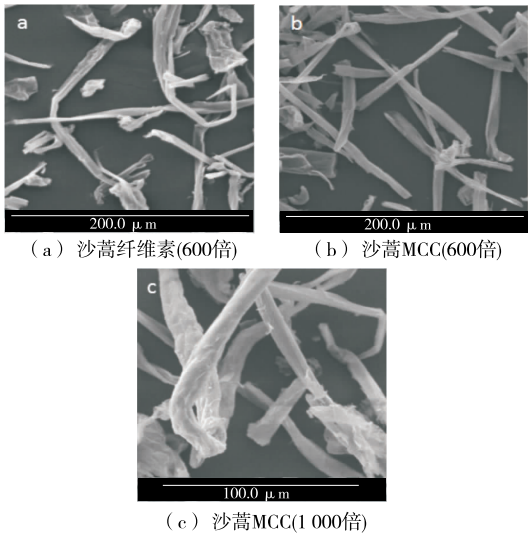


图 6 沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 的 SEM 图

Figure 6 SEM of Artemisia cellulose and Artemisia MCC

2.3.2 傅里叶变换红外光谱(FT-IR)分析 由图 7 可看出,沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 的出峰位置和峰强度基本一致。沙蒿纤维素在 3 425 cm⁻¹ 处的强宽吸收峰代表 O—H 伸缩振动,在 619 cm⁻¹ 处的吸收代表 O—H 的面外弯曲振动,沙蒿 MCC 的 O—H 伸缩振动红移至 3 435 cm⁻¹,且峰形较为光滑,面外弯曲振动峰蓝移至 617 cm⁻¹ 处,说明酸解后纤维素分子中羟基间的氢键有所减少。图谱中 2 918 cm⁻¹ 处的峰为—CH₂—的 C—H 伸缩振动峰,1 630 cm⁻¹ 处吸收峰为 O—H 的弯曲振动,1 435 cm⁻¹ 处的峰为—CH₂—的弯曲振动,1 060 cm⁻¹ 处的强吸收峰为纤维骨架上 C—O 的振动峰。可见,酸水解制备沙蒿 MCC 的反应过程并未改变纤维素基本化学结构,推断纤维素晶型为 I 型(1 435 cm⁻¹ 处特征峰)^[22]。

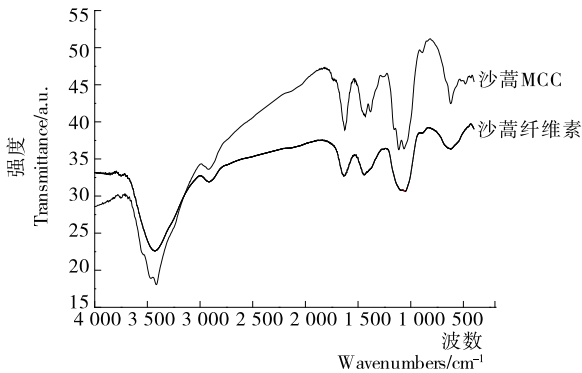


图 7 沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 的红外光谱图
Figure 7 FTIR spectra of Artemisia cellulose and Artemisia MCC

2.3.3 X-衍射(XRD)分析 由图 8 可知,沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 在 2θ 为 16.44°,22.26°,34.8° 处均有 3 个衍射峰,22.26° 处峰较强而其它 2 处峰较弱。2θ=16.44° 处的峰为纤维素 I 型 101 面衍射峰,2θ=22.26° 处的峰为 002 面衍射峰,2θ=34.4° 为 004 面衍射峰,说明沙蒿纤维素与沙蒿 MCC 为纤维素 I 型结构^[23]。沙蒿 MCC 在 22.5° 处衍射峰强度与沙蒿纤维素相比明显加强,且峰形较尖锐。利用 Segal 公式求得沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 的相对结晶度分别为 63.91 和 72.85,说明经酸水解后纤维素结晶度升高。

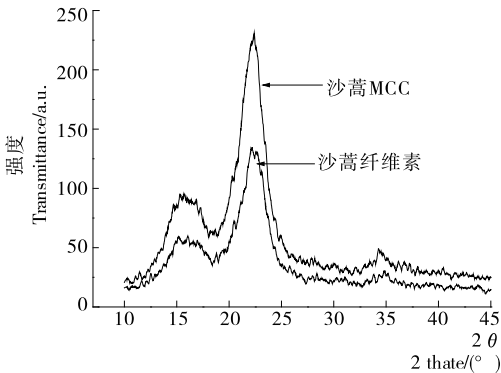


图 8 沙蒿纤维素和沙蒿 MCC 的 XRD 图
Figure 8 XRD patterns of Artemisia cellulose and Artemisia MCC

2.3.4 热稳定性分析 图 9 为沙蒿纤维和沙蒿 MCC 的热重曲线图。可以看出,在 60 ℃ 左右,2 个样品都出现轻微的质量损失,这是样品中所残留小分子的挥发引起的。沙蒿纤维素与沙蒿 MCC 的初始降解温度约为 240 ℃,到 380 ℃ 时质量基本稳定,沙蒿 MCC 的最大降解温度为 356 ℃,此时的失重率为 82.21%,沙蒿纤维素的最大降解温度为 343 ℃,相对应的失重率为 47.14%。通过比较,可以看出沙蒿 MCC 较沙蒿纤维素,最大降解温度高,稳定较好。

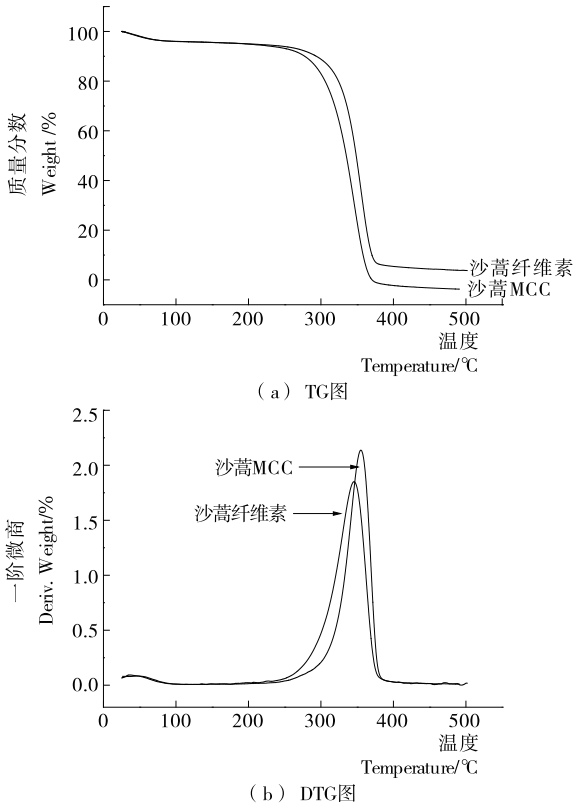


图 9 沙蒿纤维和沙蒿 MCC 的 TG 和 DTG 图
Figure 9 TG and DTG curves of Artemisia cellulose and Artemisia MCC

2.4 沙蒿 MCC 持水力和溶胀性测试结果

经试验测得沙蒿 MCC 的膨胀力为 12.5 mL/g,持水力为 13.875 g/g,膨胀力和持水力均较大,可满足膳食纤维的指标要求。

3 结论

响应曲面法有效地优化了盐酸水解法制备沙蒿 MCC 的工艺,并筛选出影响沙蒿 MCC 得率与聚合度的重要因素。在最优条件下制备得到沙蒿 MCC 得率为 85.14%,聚合度为 182.7,与响应面分析结果接近。试验结果显示,沙蒿 MCC 膨胀力和持水力均较大,是理想的膳食纤维,可用作食品添加剂。酸水解法得到的沙蒿 MCC 呈棒状,但长短粗细不均匀,这是本试验的不足之处,有待进一步优化试验条件,实现 MCC 的外观形貌均一性。

参考文献

[1] 陈珍珍, 刘爱国, 李晓敏, 等. 微晶纤维素的特性及其在食品工

业中的应用[J]. 食品工业科技, 2014, 35(4): 380-383.
[2] PEERAJIT P, CHIEWCHAN N, DEVAHASTIN S. Effects of pretreatment methods on health-related functional properties of high dietary fiber powder from lime residues[J]. Food Chem, 2012, 132(4): 1 891-1 898.
[3] LAMOTHE L M, SRICHUWONG S, REUHS B L, et al. Quinoa(Chenopodium quinoa W.)and amaranth (Amaranthus caudatus L.)provide dietary fibers high in pectic substances and xyloglucans [J]. Food, 2015, 167(1): 490-496.
[4] MAHA M Ibrahim, WALEED K El-Zawawy, YVONNE Jüttke, et al. Cellulose and microcrystalline cellulose from rice straw and banana plant waste: preparation and characterization[J]. Cellulose, 2013, 20(5): 2 403-2 416.
[5] 张晓臣, 李鹏, 谢洋, 等. 利用落叶松残渣制备微晶纤维素[J]. 生物技术, 2013, 23(6): 100-102.
[6] 李金宝, 张美云, 刘银山, 等. 合成革用麦草微晶纤维素的制备及其表征[J]. 功能材料, 2014, 42(9): 1 606-1 609.
[7] 李金宝, 贺行, 张美云, 等. 金属离子催化纤维素水解制备微晶纤维素的研究[J]. 造纸科学与技术, 2014, 33(2): 21-24.
[8] 李小红, 黄薇薇, 王润东, 等. 甘蔗渣微晶纤维素制备及其性能研究[J]. 中国食品添加剂, 2017(11): 58-63.
[9] 任海伟, 沈佳莉, 朱晓倩, 等. 菊芋秸秆制备微晶纤维素的工艺优化及结构表征[J]. 中国食品学报, 2018, 18(1): 119-127.
[10] 张文龙, 赵文龙, 戴亚杰. 芦苇浆粕预处理方法对其微晶纤维素特性的影响[J]. 哈尔滨理工大学学报, 2015, 20(3): 72-77.
[11] 施欢贤, 张严磊, 宋忠兴, 等. 石榴废弃物为资源制备微晶纤维素及膳食纤维工艺研究[J]. 纤维素科学与技术, 2016, 24(2): 52-59.
[12] 姚红娟, 刘秀河, 王君. 响应面试验优化芦笋茎秆微晶纤维素的制备工艺[J]. 食品工业, 2017, 38(4): 48-52.
[13] 盛文军, 毕阳, 冯丽丹, 等. 沙棘渣制备微晶纤维素的酶解条件优化[J]. 食品科学, 2017, 38(20): 154-160.
[14] 张继, 马君义, 姚健, 等. 黑沙蒿资源的综合开发利用研究[J]. 中国野生植物资源, 2003, 22(1): 27-29.
[15] 肖斌, 白娟娟, 戚磊, 等. 黑沙蒿的资源分布、化学成分及药理活性研究进展[J]. 中国药房, 2016, 27(13): 1 682-1 684.
[16] 刘敦华, 谷文英. 沙蒿胶热稳定性的研究[J]. 食品工业科技, 2006, 27(4): 159-161.
[17] 赵东保, 杨玉霞, 张卫, 等. 黑沙蒿黄酮类化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(18): 1 430-1 432.
[18] 张军红, 侯新. 毛乌素沙地油蒿植冠下土壤粒径特征及其影响因素分析[J]. 中国农业科技导报, 2018, 20(1): 95-102.
[19] 马文平, 纳鹏, 蔡同一, 等. 沙蒿籽油的氧化稳定性研究[J]. 食品科学, 2004, 25(1): 59-62.
[20] 刘洋, 沈星意, 苏盼杰, 等. 车前草膳食纤维的制备及理化性质研究[J]. 食品工业, 2017, 38(7): 156-158.
[21] 周纪芾. 实用回归分析方法[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1990: 77-79.
[22] 王立华, 王永利. 秸秆纤维素提取方法比较研究[J]. 中国农学通报, 2013, 29(20): 130-134.
[23] PURI V P. Effect of crystallinity and degree of polymerization of cellulose on enzymatic saccharification [J]. Biotechnology and Bioengineering, 1984, 26(10): 1 219-1 222.