

碱脲体系对麦草 APMP 成纸强度的影响研究

侯 昊¹,胡志军^{1,2},周 游¹,杜晓庆¹,聂玉琴¹,翟 睿^{1,2}

(1. 浙江科技学院 轻工学院,杭州 310023; 2. 浙江省农产品化学与生物加工技术重点实验室,杭州 310023)

摘要: 将麦草碱性过氧化氢机械浆(APMP)于氢氧化钠-硫脲溶液中处理以求提高其成纸强度,并利用纤维质量分析仪、FT-IR、XRD 和 SEM 检测处理前后纤维微观形态及官能团的变化情况。结果表明,在用碱量 6%、纤维质量分数 15%、冷冻时间 50 min 的条件下,该溶液体系对麦草 APMP 的成纸强度增加效果显著,和未处理 APMP 相比,处理后 APMP 成纸强度提高近 60%。同时处理前后纤维的红外光谱图、X 射线衍射谱图和扫描电镜图片均变化不显著,但处理后 APMP 纤维表面出现轻微破损及细小纤维含量提高。

关键词: 氢氧化钠-硫脲水溶液;麦草;APMP;成纸强度

中图分类号: TS749.2 文献标志码: A 文章编号: 1671-8798(2018)01-0044-07

Study on effects of alkali urea system on paper strength of wheat straw APMP

HOU Hao¹, HU Zhijun^{1,2}, ZHOU You¹, DU Xiaoqing¹, NIE Yuqin¹, ZHAI Rui^{1,2}

(1. Zhejiang University of Science and Technology, Hangzhou 310023, Zhejiang, China;

2. Zhejiang Provincial Key Laboratory for Chemical and Biological Processing

Technology of Farm Produce, Hangzhou 310023, Zhejiang, China)

Abstract: The wheat straw APMP was treated with the NaOH-thiourea aqueous solution to enhance its paper strength, and variations in the fiber microstructures and function groups before and after treatment of APMP were tested by use of the fiber quality analyzer, FT-IR, XRD and SEM. According to the tests, the optimal condition was chosen with 6% alkali concentration, 15% fiber mass fraction, and 50 min freezing time. Compared to untreated APMP, paper strength of treated APMP could be increased by approximately 60%, and there were no obvious variations in the structures of function groups or crystalline regions and the overall morphology of fibers. However, there were slight damages to the surface of treated

收稿日期: 2017-08-15

基金项目: 国家级大学生创新创业训练计划项目(201711057020);浙江省农业生物资源生化制造协同创新中心暨浙江省农产品化学与生物加工技术重点实验室开放基金项目(2016KF0019)

通信作者: 翟 睿(1986—),男,江苏省连云港人,讲师,博士,主要从事特种纸研究。E-mail: zhairui860916@sina.com.

fiber, and the content of fiber fines was increased significantly.

Keywords: NaOH-thiourea aqueous solution; wheat straw; APMP; paper strength

中国是一个农业大国,每年会产生大量的农业废弃物,即草类原料。对制浆造纸工业而言,提高草类原料利用率可有效缓解由于木材资源紧缺所带来的压力。以往草类原料多采用化学法制浆,它的得率低,化学品消耗量大,污染严重。近年来,研制了高得率浆,尤其是化学机械浆受到了越来越多的关注^[1]。和化学浆相比,高得率浆最大的缺点是木质素含量高,纤维硬度和脆性大,纤维结合力差,成纸强度低;同时和木材原料相比,草类原料高得率浆的强度更差,这在很大程度上限制了草类原料高得率浆的适用领域^[2]。因此,若要实现上述目标,需要解决高得率浆成纸强度这一关键问题^[3]。

物理法、化学法和生物法都可以用于高得率浆的增强处理,其中化学法和生物法的效果最佳^[4]。在高得率浆的漂白过程中适度增加氢氧化钠的用量,可以有效润胀纤维,同时脱除部分木质素,提高纤维结合强度^[5];马来酸酐和邻苯二甲酸酐均可用于处理木材制备化学机械浆^[6],制得的浆料与热磨机械浆(thermomechanical pulp, TMP)相比成纸强度显著增加;利用蓝色链霉菌预处理麦草制备半化学浆^[7],和未处理的半化学浆相比,成纸撕裂指数和耐破指数都得到显著改善;利用白腐菌处理桉木漂白热磨化学机械浆^[8],处理后纸浆的抗张和耐破指数分别提高49%和34%。

氢氧化钠-硫脲水溶液是一种纤维素溶剂,可在低温条件下溶解纤维素制备纤维素基功能材料^[9-10],但利用该溶剂处理高得率浆提高其成纸强度这一方向研究较少。因此,笔者利用该溶剂处理麦草碱性过氧化氢机械浆(alkaline hydrogen peroxide mechanical pulp, APMP),研究该溶剂对高得率浆成纸强度的影响情况。

1 试验

1.1 原料与仪器

麦草草片(河南全贵木业,规格5 cm×3 cm×3 mm);NaOH、硫脲、MgSO₄、Na₂SiO₃、二乙烯三胺五醋酸(DTPA)、30% H₂O₂溶液。

恒温水浴HHS-11-1(上海精密仪器仪表有限公司),KRK磨浆机2500-II(普利赛斯国际贸易(上海)有限公司),PFI立式打浆机ZQS7-PFI(咸阳通达轻工设备有限公司),纤维标准疏解机TD15-A(咸阳通达轻工设备有限公司),纸样抄取器ZQJ1-200(咸阳通达轻工设备有限公司),纸张拉力测试仪WZL-300(杭州轻通仪器开发公司),纸张耐破度测试仪YQ-Z-23A(中国杭州轻工检测仪器厂),纤维质量分析仪Morfi(法国Techpap公司),红外光谱仪FTIR8400S(日本岛津公司),X射线衍射仪Bruker D8 Avance(德国Bruker公司)和扫描电子显微镜JSM-IT300(日本电子株式会社)。

1.2 试验方法

1.2.1 原料与药品准备

将麦草片用碱性H₂O₂水溶液进行两段处理。一段工艺条件为H₂O₂质量分数2%,漂白时间30 min,纤维质量分数20%,漂白温度75 °C,碱比0.75,MgSO₄质量分数0.5%,Na₂SiO₃质量分数2%,DTPA质量分数0.3%。二段工艺条件为H₂O₂质量分数4%,漂白时间60 min,纤维质量分数20%,漂白温度75 °C,碱比0.25,MgSO₄质量分数0.5%,Na₂SiO₃质量分数3%,DTPA质量分数0.3%。完成后在20%质量分数下磨浆,收集全部粗浆,用筛浆机充分筛选得到细浆,离心脱水后搓散,平衡水分48 h,测定固含量,随后用PFI立式磨浆机将其打成约35°SR的叩解度,消潜后按60 g/m²的定量抄片,按国标检测纸张各项指标。

1.2.2 纤维预处理

对麦草APMP浆进行碱脲处理^[9]。取麦草APMP细浆,加入NaOH-硫脲水溶液和清水使之满足单因素试验要求,在室温条件下混合均匀后转移至冷冻室中处理,完成后将纤维洗净,甩干后搓散,于冰箱

中放置 24 h 使纤维的水分含量稳定,随后检测水分含量。用同样的方式打浆和抄片,最后测定成纸强度,与原浆相对比,考察碱脲体系预处理对麦草 APMP 成纸强度的影响。

1.3 纤维性能表征

1.3.1 纤维质量分析

利用纤维质量分析仪对纤维形态、细小组分含量、纤维扭结及卷曲比例等进行分析。

1.3.2 FT-IR 分析

采用 Nicolet 380 红外光谱仪对纤维官能团结构进行分析,扫描范围 500~4 000 cm⁻¹。

1.3.3 XRD 分析

采用 X 射线衍射仪对纤维结晶结构的变化进行分析,衍射角扫描范围为 5°~50°,0.02° 的扫描步宽,2°/min 的扫描速度。本研究中纤维的结晶度 C 按式(1)^[11]计算:

$$C = I_2 / (I_1 + I_2)。 \quad (1)$$

式(1)中: I_1 表示纤维素 I 无定形区的吸收强度; I_2 表示纤维素 I 结晶区的吸收强度。

1.3.4 纤维形态和成纸断面分析

采用扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)表征分析纤维的表面形态。

2 结果与讨论

2.1 用碱量对麦草 APMP 成纸强度的影响

用碱量(氢氧化钠计)对麦草 APMP 成纸强度的影响如表 1 所示。由表 1 可以看出,在叩解度相当的前提下,随着用碱量的增加(纤维质量分数 20%、冷冻时间 60 min),成纸强度各指标均提高。但用碱量高于 6%,强度指标开始降低,同时耐折度没有明显变化。松厚度则是先降低,后有所反弹,但幅度不大。随着用碱量的增加,混合体系中氢氧化钠的质量分数增加,更多的木质素会被脱除,对于高得率浆,木质素的脱除有利于纤维韧性和强度的提升。但从耐折度的变化趋势可以看出,处理后浆料纤维的脆性仍然很高,韧性仍然很差,这主要是由于处理条件不满足大量脱除组分的要求^[12]。因此,尽管部分木质素得以脱除,但这不是 NaOH-硫脲水溶液有效改善麦草碱性过氧化氢机械浆成纸强度性能的主要原因。在高得率浆的制备过程中,纤维从其胞间层实现解离,而纤维中多数木质素存在于次生壁而不是胞间层,即胞间层木质素更容易暴露于纤维表面而被脱除^[13]。因此,在木质素得到少量脱除之后,该溶剂可更有效地进入纤维内部,和更多的纤维素纤维接触。碱脲体系是纤维素溶剂,它对纤维素的处理作用很强。在本试验的工艺条件下,尽管纤维素不会被溶解,但是可被有效润胀^[14]。纤维素在纤维化学组分中所占比例最高,纤维素的有效润胀可增加纤维整体的润胀度,有利于纤维柔韧性的增加。当木质素一定程度脱除时,纤维表面游离羟基数量提高,有利于纤维结合。上述所有因素的变化均有利于提高纤维结合强度,因此处理后纤维成纸强度提高。

表 1 用碱量对麦草 APMP 成纸强度的影响

Table 1 Effect of NaOH dosage on paper strength of wheat straw APMP

用碱量/%	抗张指数/ [(N · m) · g ⁻¹]	耐破指数/ [(kPa · m ²) · g ⁻¹]	耐折度/次	松厚度/ (cm ³ · g ⁻¹)	叩解度/°SR
2	13.64	1.26	3	2.57	34
4	16.55	1.53	3	2.44	33
6	18.43	1.68	4	2.28	33
8	17.12	1.61	4	2.30	35
10	14.76	1.42	4	2.33	34

当用碱量偏高时,该溶剂将会增加溶解 APMP 中的部分细小组分,而在其他条件(浆种、纤维长度等)相当的前提下,高得率浆纤维结合点数量与细小组分含量呈正比关系。成纸强度一个主要来源是纤

维表面羟基之间的氢键结合,随着结合点数量的减少纸张强度就会降低。因此,在高用碱量的条件下,成纸强度反而会降低^[15]。同时,高用碱量导致得率降低,这不符合高得率浆增强的要求。因此选择6%的用碱量作为后续单因素试验的研究基准。

2.2 纤维质量分数对麦草APMP成纸强度的影响

纤维质量分数对麦草APMP成纸强度的影响如表2所示(用碱量6%、冷冻时间60 min)。由表2可以看出,在叩解度相当的前提下,随着纤维质量分数的提高,成纸强度提高。但纤维质量分数高于15%时,强度开始降低;耐折度没有明显变化;松厚度是先降低后有所反弹,但幅度不大。纤维质量分数的影响和用碱量类似,当用碱量一定时,纤维质量分数越高,混合体系中的氢氧化钠的质量分数越高,纤维处理效果越好。当纤维质量分数过高时,在实验室条件下纤维和药液混合的均一性受到影响,部分纤维反应过度,成纸强度下降。因此,选择15%纤维质量分数作为后续研究基准。

表2 纤维质量分数对麦草APMP成纸强度的影响

Table 2 Effect of fiber mass fraction on paper strength of wheat straw APMP

纤维质量分数/%	抗张指数/ [(N·m)·g ⁻¹]	耐破指数/ [(kPa·m ²)·g ⁻¹]	耐折度/次	松厚度/ (cm ³ ·g ⁻¹)	叩解度/°SR
10	16.27	1.53	3	2.36	34
15	18.95	1.71	4	2.25	34
20	18.36	1.66	4	2.27	35
25	17.52	1.45	4	2.30	35

2.3 冷冻时间对麦草APMP成纸强度的影响

冷冻时间对麦草APMP浆成纸强度的影响如表3所示(用碱量6%、纤维质量分数15%)。由表3可以看出:叩解度大致相当时,随着冷冻的进行,成纸强度提高。但冷冻时间长于50 min时,强度降低;耐折度没有明显变化;松厚度仍是先降低后有所反弹,但幅度不大。碱脲体系是低温条件下处理纤维的体系,因此冷冻过程不可缺少,冷冻时间较短时,体系的平均温度相对较高,可以达到提高高得率浆成纸强度的目的,但冷冻时间长于50 min时,由于纤维在碱溶液中的时间过长,同时纤维素纤维会受到碱脲体系的作用而被少量脱除,结合点数量减少使成纸强度降低。因此,选择50 min的冷冻时间作为后续研究基准。

表3 冷冻时间对麦草APMP成纸强度的影响

Table 3 Effect of freezing time on paper strength of wheat straw APMP

冷冻时间/min	抗张指数/ [(N·m)·g ⁻¹]	耐破指数/ [(kPa·m ²)·g ⁻¹]	耐折度/次	松厚度/ (cm ³ ·g ⁻¹)	叩解度/°SR
30	15.62	1.42	3	2.52	34
40	17.84	1.61	4	2.37	34
50	19.12	1.74	4	2.21	35
60	18.87	1.69	4	2.24	35
70	17.68	1.53	4	2.26	33

2.4 正交试验分析

为检验上述3个试验参数之间是否存在交互作用,笔者利用三因素三水平的正交试验对其进行检验,正交试验参数设置及分析如表4所示。由表4可知,用碱量对抗张指数的影响最为明显,冷冻时间次之,最不明显的是纤维质量分数。此外,空列的极差数值最小,由于空列一般用于表征因素之间是否存在交互作用或是否遗漏其他对试验结果有显著影响的因素,因此可以确定上述3个因素之间没有明显的交互作用,同时没有遗漏显著影响因素。

2.5 成纸强度和纤维质量分析

处理前后麦草APMP成纸强度和纤维质量分析如表5所示。在叩解度相当的前提下,处理后APMP成纸的抗张指数和耐破指数较之未处理APMP提高将近60%,同时松厚度降低约15%。由于木质素的大量存在,纤维韧性不足使得处理前后耐折度没有明显变化。

表 4 正交试验分析

Table 4 Analysis of orthogonal test

试验号	用碱量 A/%	空列	纤维质量分数 B/%	冷冻时间 C/min	抗张指数/[(N·m)·g ⁻¹]
1	2	1	10	30	11.35
2	2	2	15	40	12.28
3	2	3	20	50	13.17
4	4	1	15	50	15.22
5	4	2	20	30	14.68
6	4	3	10	40	13.87
7	6	1	20	40	18.55
8	6	2	10	50	18.96
9	6	3	15	30	18.27
K_1	36.80	45.12	44.18	44.30	
K_2	43.77	45.92	45.77	44.70	
K_3	55.78	45.31	46.40	47.35	
极差 R	18.98	0.80	2.22	3.05	
因素主次					$A > C > B >$ 空列

表 5 成纸强度和纤维质量分析

Table 5 Analysis of paper strength and fiber quality

APMP	叩解度/ °SR	抗张指数/ [(N·m)·g ⁻¹]	耐破指数/ [(kPa·m ²)·g ⁻¹]	耐折 度/次	松厚度/ (cm ³ ·g ⁻¹)	重均纤维 长度/mm	纤维 宽 /μm	扭结比 例/%	卷曲比 例/%	细小纤 维含/%
未处理	34	11.87	1.09	3	2.59	1.243	32.7	22.6	8.0	24.5
处理后	35	19.12	1.74	4	2.21	1.218	33.9	22.4	7.8	33.6

由表 5 可知, 处理后 APMP 纤维长度降低, 这主要由木质素和半纤维素等组分的降解所导致, 但由于组分脱除率低(最佳工艺条件下的得率为 91%), 因此, 纤维长度变化不明显。处理后 APMP 纤维宽度增加, 这主要是纤维润胀导致, 但由于氢氧化钠的质量分数很低, 润胀程度不高, 因此纤维宽度变化也不明显。高得率浆是依靠磨浆机的高速旋转实现纤维解离的, 因此扭结和卷曲纤维比例较高。碱脲体系不能使这种纤维形态发生显著变化, 因此这两种纤维比例没有明显变化。在预处理过程中, 随着组分的脱除, 部分纤维碎片从纤维细胞壁剥落, 这种纤维碎片被称为“二次细小纤维”, 同样属于细小纤维的范畴, 这个作用和打浆较为类似^[16]。由于碱脲体系在低温条件下不能溶解木质素和半纤维素, 而木质纤维素纤维中这两种高分子的含量很高, NaOH-硫脲体系不能溶解 APMP 纤维(包括在处理过程中从 APMP 纤维表面剥离的细小纤维), 因此处理后 APMP 纤维中细小纤维含量高于未处理 APMP 纤维。

2.6 红外光谱分析

麦草 APMP 纤维经碱脲体系处理前后红外光谱分析如图 1 所示。从图 1 可以看出, 两种纤维的红外光谱吸收峰的位置没有明显变化, 位置基本相同, 位于波数 3 500 cm⁻¹ 处的是纤维中醇羟基(—CH₂OH, —CHOH 等)的吸收峰, 位于波数 2 900 cm⁻¹ 处的是纤维中甲基和亚甲基(—CH₃, —CH₂)的吸收峰, 位于波数 1 700 cm⁻¹ 处的是纤维中醛基(—CHO)吸收峰, 位于波数 1 300 cm⁻¹ 处的是纤维中碳氧单键(—C—O—)吸收峰等, 这表明在处理过程中纤维组分没有发生明显变化, 没有物质被大量脱除, 同时也没有纤维衍生物生成。这也进一步证明了该溶剂属于非衍生化的纤维素溶剂, 处理纤维素纤维没有副反应发生。

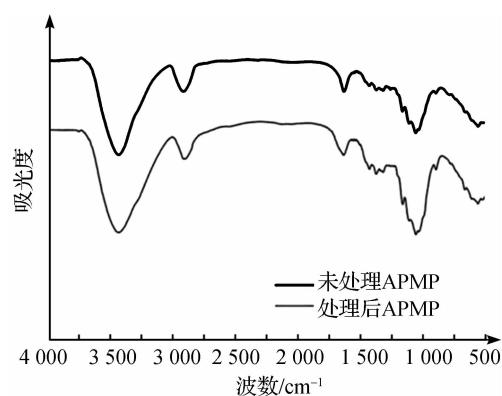


图 1 红外光谱分析

Fig. 1 FT-IR analysis

2.7 X射线衍射分析

处理前后麦草APMP的X射线分析如图2所示。从图2可以看出,两种纤维的X射线衍射吸收峰的位置没有明显变化,位置基本相同,位于衍射角14.5°处的是纤维无定形区的吸收峰,位于衍射角22.5°处的是纤维结晶区的吸收峰。同时经计算(X射线衍射分析仪自动检测计算),处理前APMP纤维结晶度为0.626,处理后APMP纤维结晶度为0.641,变化均不明显。这说明在本研究中的最佳处理工艺下,NaOH-硫脲体系没有显著改变麦草APMP纤维结晶形态的整体结构。研究表明,若要使纤维结晶区被NaOH水溶液破坏,氢氧化钠的质量分数的最低值需要达到12.5%^[17],但在本研究最佳处理工艺条件下,经计算纤维和碱脲体系的混合体系中氢氧化钠质量分数仅为1%。最佳工艺条件下混合体系中氢氧化钠质量分数的计算描述如下:APMP纤维取绝干质量30 g,氢氧化钠以绝干浆6%称取即1.8 g。由于氢氧化钠-硫脲水溶液中3种组分(氢氧化钠:硫脲:水)的质量比固定为9.5:4.5:86,因此混合体系中水的总质量为170 g,混合体系中氢氧化钠质量分数为 $C_{\text{NaOH}} = \frac{1.8}{1.8 + 170} \times 100\% = 1.04\%$ 。尽管硫脲中含有氨基,可水解而提高水溶液的碱性,但该作用被氢氧化钠电离出的氢氧根抑制,硫脲中的氨基在该条件下难以水解,且硫脲的用量很低,因此无法使体系的碱性得到提高。即在最佳工艺条件下,该溶剂只能使APMP纤维无定形区发生小幅润胀,不能破坏无定形区结构,更不可能破坏结晶区结构,因此X射线衍射谱图无明显变化,同时纤维晶型不会变化(纤维素I)^[18]。

2.8 扫描电镜分析

处理前后麦草APMP的扫描电镜分析如图3所示。和处理前APMP纤维相比,处理后APMP纤维形态的变化不明显,但其纤维表面出现更多的破损。这是由于木质素和半纤维素等物质均属于碱溶性物质,在低温条件下也可以和氢氧化钠反应而被脱除,同时部分木质素和半纤维素存在于纤维表面,和纤维内部的物质相比,纤维表面的物质更容易和碱溶液接触而发生反应,进而被有效脱除。因此,处理后纤维表面的破损程度增加,但由于处理条件远未满足大量脱除组分的要求,因此碱脲体系对APMP纤维的处理没有深入纤维内部,更多的存在于纤维表面。这样,使得处理前后纤维整体形态没有明显变化,仅纤维表面出现一定程度的破损,而这也可能暴露出更多的羟基,进而促进纤维结合强度和成纸强度的提高。

3 结论

利用NaOH-硫脲体系改善麦草APMP成纸强度的最佳处理工艺为:用碱量6%、纤维质量分数15%、冷冻时间50 min。在该条件下,和处理前APMP相比,处理后APMP的成纸抗张指数和耐破指数均提高近60%,松厚度降低约15%,但耐折度没有明显变化。同时两者的官能团结构、结晶区结构和纤维整体形态没有明显变化,但处理后APMP的细小纤维含量显著提高。碱脲体系依靠氢氧化钠和胺类物质的协同作用润胀软化高得率浆中的纤维,由于纤维素占纤维组分含量的比例最高,因此纤维整体的软化度或韧性得以提高。此外,由于纤维表面组分的少量脱除,纤维表面活性基团(羟基)数量增加。这两个变化也有利于促进纤维之间的结合,是氢氧化钠-硫脲水溶液改善麦草APMP成纸强度的主要因素。

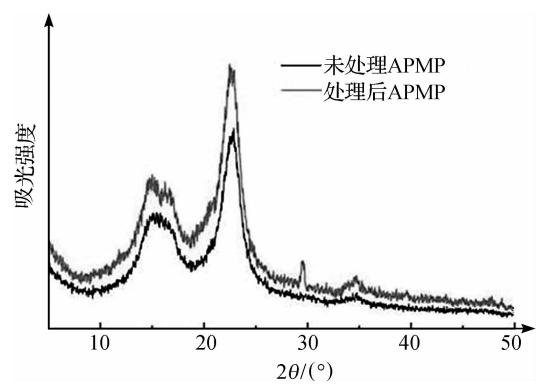


图2 X射线衍射分析

Fig. 2 XRD analysis

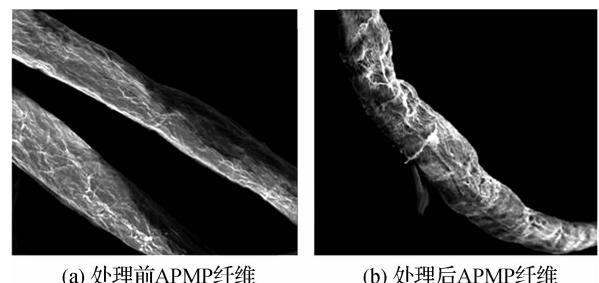


图3 扫描电镜分析(1 000倍)

Fig. 3 SEM images of APMP fiber($\times 1000$)

参考文献：

- [1] HU K T, NI Y H, ZOU X J. Substitution of aspen high-yield pulp for hardwood kraft pulp in fine papers and its effect to AKD sizing[J]. *Tappi Journal*, 2004, 3(8):13.
- [2] ZHAI R, SONG B, ZHOU X F. Modifying the refining energy consumption of chemi-mechanical pulping with NaOH-thiourea-urea aqueous solution[J]. *Bioresources*, 2015, 10(3):4811.
- [3] LI H, NI Y. Sizing behaviour of BCTMP at neutral to alkaline pH[J]. *Pulp and Paper Canada*, 2001, 102(6):45.
- [4] SALGUEIRO A M, EVTUGUIN D V, SARAIVA J A, et al. High pressure-promoted xylanase treatment to enhance papermaking properties of recycled pulp[J]. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 2016, 100(23):1.
- [5] ZHOU Y J, ZOU X J. Achieving desired end-use performance by using HYP in wood-free papers[J]. *World Pulp and Paper*, 2007 (28):53.
- [6] MAHLBERG R, PAAJANEN L, NURMI A, et al. Effect of chemical modification of wood on the mechanical and adhesion properties of wood fiber/polypropylene fiber and polypropylene/veneer composites[J]. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 2001, 59(5):319.
- [7] BERROCAL M M, RODRÍQUEZ J, HERNÁNDEZ M, et al. The analysis of handsheets from wheat straw following solid substrate fermentation by *Streptomyces cyaneus* and soda cooking treatment [J]. *Bioresource Technology*, 2004, 94(1):27.
- [8] YANG Q F, ZHAN H Y, WANG S F, et al. Modification of eucalyptus CTMP fibres with white-rot fungus *trametes hirsute*-effects on fiber morphology and paper physical strengths[J]. *Bioresource Technology*, 2008, 99(17):8118.
- [9] RUAN D, ZHANG L N, MAO Y, et al. Microporous membranes prepared from cellulose in NaOH/thiourea aqueous solution[J]. *Journal of Membrane Science*, 2004, 241(2):265.
- [10] WENG L H, ZHANG L N, RUAN D, et al. Thermal gelation of cellulose in a NaOH/thiourea aqueous solution [J]. *Langmuir the Acs Journal of Surfaces and Colloids*, 2004, 20(6):2086.
- [11] ZHAI R, CHI F, ZHOU X F. NaOH-thiourea aqueous solution treatment of cellulose fiber and its effects on bulk and softness[J]. *Bioresources*, 2016, 11(4):8703.
- [12] HUANG C X, HE J, WANG Y, et al. Associating cooking additives with sodium hydroxide to pretreat bamboo residues for improving the enzymatic saccharification and monosaccharides production[J]. *Bioresource Technology*, 2015, 193:142.
- [13] JIANG H, HAN B B, GE J H. Enhancement in the enzymatic digestibility of hybrid poplar with poor residual hemicelluloses after Na₂SO₃ pretreatment[J]. *Bioresource Technology*, 2015, 180:338.
- [14] JIANG K K, LI L L, LONG L K, et al. Comparison of alkali treatments for efficient release of p-coumaric acid and enzymatic saccharification of sorghum pith[J]. *Bioresource Technology*, 2016, 207:1.
- [15] LIU Y Y, LIU M R, LI H L, et al. Characteristics of high yield pulp fiber by xylanase treatment[J]. *Cellulose*, 2016, 23(5):3281.
- [16] ORELMA H, TANAKA A, RAUTKOSKI H, et al. Mechanically ground softwood fines as a raw material for cellulosic applications[J]. *Cellulose*, 2017, 24(6):3869.
- [17] ZHAI R, YUAN Y, ZHOU X F. Preparation of wet strength paper from filter paper with NaOH-thiourea-urea aqueous solution[J]. *Bioresources*, 2015, 10(1):839.
- [18] 袁月,宋冰,马金霞,等.应用ZnCl₂制备高得率纤维素纳米纤维的研究[J].*纤维素科学与技术*,2015,23(1):49.