

# Delignification of Cotton Stalk and Sesame Straw by CO<sub>2</sub> Supercritical Fluid

Yiming Hu, Yinhua Lv\*, Jie Yu, Jiangyan Liu\*

College of Chemistry & Chemical Engineering, Hubei Normal University, Huangshi Hubei  
Email: \*lvyh@hbnu.edu.cn, \*liu.jy@126.com

Received: Dec. 29<sup>th</sup>, 2016; accepted: Jan. 13<sup>th</sup>, 2017; published: Jan. 18<sup>th</sup>, 2017

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.  
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).  
<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## Abstract

A technology of CO<sub>2</sub> supercritical fluid extraction was adopted to remove the lignin in sesame straw. First, by Van Soest method, the content of lignin and cellulose was evaluated through orthogonal experiments. The results showed that the temperature is the most important factor on the degradation and removal behavior of lignin. At the temperature of 200°C, pressures of 20 Mpa, adding 1.5 mL entrainer (1,4-dioxane) for 60 min reaction, delignification rate can reach 80.84%. At the same time using GC-MS of supercritical CO<sub>2</sub> extraction fluid composition was analyzed under different conditions. The temperature rise will also lead to other carbohydrates, the degradation of cellulose and hemicellulose to generate phenolic, dioxolane ring material. Scanning electron microscope (SEM) was used to compare the extraction before and after the supercritical extraction. The results showed that there were many pores and amorphous substance on the surface of the sample after supercritical treatment, which may be the residual lignin or lignin-carbohydrate complex.

## Keywords

Supercritical CO<sub>2</sub> Extraction Technology, Lignin, GC-MS

# 芝麻秸秆超临界CO<sub>2</sub>降解脱除木质素的研究

胡一鸣, 吕银华\*, 余杰, 刘江燕\*

湖北师范大学化学化工学院, 湖北 黄石  
Email: \*lvyh@hbnu.edu.cn, \*liu.jy@126.com

\*通讯作者。

收稿日期：2016年12月29日；录用日期：2017年1月13日；发布日期：2017年1月18日

## 摘要

本文使用超临界CO<sub>2</sub>流体萃取技术，对芝麻杆渣中木质素进行萃取脱除实验研究。本文首先通过Van Soest成分分析法，采用4因素3水平的正交实验，对纤维素含量、半纤维素含量、木质素含量和木质素脱除率的影响因素进行了分析，同时用GC-MS对不同条件下的超临界CO<sub>2</sub>萃取液成分进行分析。结果表明，温度是影响超临界CO<sub>2</sub>脱除木质素的重大因素。在200℃、24 MPa下，用1,4-二氧六环1.5 mL作夹带剂反应60 min，脱木质素率达到80.84%。GC-MS分析表明在总离子流图的流出峰中有甲氧基和乙氧基的支链结构和含氧戊环类结构以及醇、醛、酸、脂和酚类化合物，萃取液受温度的影响很大，低温时(160℃)二氧戊环类物质几乎没有，随着温度升高才相继出现，说明在高温作用下，芝麻秸秆中不仅木质素易于脱除，还会导致纤维素和半纤维素碳水化合物等其他化合物的降解。使用电镜扫描对超临界萃取前后的芝麻杆渣做分析比较，结果表明在超临界处理之后样品表面有许多孔洞和非晶态无定形物质该物质可能是残余木质素或木素碳水化合物复合体。

## 关键词

超临界CO<sub>2</sub>萃取技术，木质素，GC-MS

## 1. 引言

随着能源危机和环境污染问题日益突出，大力推进可再生能源技术的使用已成为许多国家能源发展战略的重要组成部分。木质素是仅次于纤维素的生物质天然高分子聚合物，是没有得到充分利用的可再生资源。由于木质素的结构远比纤维素复杂，加上高温和化学试剂的作用下也易于发生变化，溶解性差，分离较为困难，从而难以得到利用。现在最常见的分离脱出木质素的方法是采用酸法或碱法进行溶解去除，该方法不仅造成资源的浪费也给环境带来了很大的污染。

超临界流体技术作为一种新兴的绿色化学过程，这是应用于木质素的降解去除预处理，与传统工艺相比，避免了有害试剂的使用、降低了环境的污染、有更好的降解效果，因此它受到了广泛的关注。超临界流体是指温度和压力在临界点，气液两相界面消失，均匀的两相流体混合物。超临界流体具有特殊的物理和化学性质，如气体扩散和液体的溶解性，黏度很小，超临界流体的溶解度随着温度、压力、极性和密度的变化而变化。在我们的研究中，超临界流体技术已经应用于获取木质纤维素衍生的生物能源和其有用的化学物质。Tillman L.M [1]等人用CO<sub>2</sub>-SO<sub>2</sub>开展了美国南方松的选择性脱木质素研究，Daniel P.等人[2] [3]采用不具有反应性的CO<sub>2</sub>-醇、CO<sub>2</sub>-水混合体系及丁醇-水中开展了超临界CO<sub>2</sub>对甘蔗渣和火炬松木制浆脱木质素的研究，取得了较好的制浆得率和脱木质素率。Machado等[4]用CO<sub>2</sub>和二氧环己烷体系研究了桉木的高压萃取反应，木质素的最高萃取量达到75%。刘江燕等[5]采用超临界CO<sub>2</sub>萃取技术，脱除稻草和毛竹中的木质素分别达到62.79%和74.64%以上。本实验以此作为参考采用超临界CO<sub>2</sub>，用1,4-二氧六环为夹带剂，降解脱除芝麻秸秆中的木质素，采用Van Soest成分分析法、气质联用技术、电镜分析等手段对超临界CO<sub>2</sub>萃取脱除芝麻秸秆木质素过程进行研究。

## 2. 实验

### 2.1. 实验样品的制备

实验所用的芝麻杆材料来自湖北黄冈，使用粉碎机(DWF-100A 型)进行粉碎过筛得250 μm (40

目)~380  $\mu\text{m}$  (60 目)样品,并于 35 $^{\circ}\text{C}$  下干燥储备。取 95 g 的 40~60 目芝麻杆渣装入用丙酮抽提过的棉袋中,放入索氏抽提器中,用丙酮抽提 50 h (抽提时间以抽提器中液体为无色为止),再用极性更大的二次水抽提 48 h, (使用丙酮和二次水做预处理抽提是为了将芝麻杆中的糖类、脂类、小分子成分去除掉,减少后续实验对萃取液成分 GC-MS 分析的干扰)抽提结束后将布袋取出,材料倒入表面皿中转移至干燥箱中,在 35 $^{\circ}\text{C}$  以下干燥,干燥后称重,得率为 80.75%。称重后放置在干燥器中以备后续实验的使用。

## 2.2. 超临界流体萃取

本文对超临界流体萃取(图 1)木质素的条件如:温度,压力,时间和夹带剂进行了研究。并采用四因素三水平正交实验:温度分别为 160 $^{\circ}\text{C}$ , 180 $^{\circ}\text{C}$  和 200 $^{\circ}\text{C}$ ; 压力分别为 16 Mpa, 20 Mpa, 24 Mpa; 处理实验为 30 min, 60 min, 90 min; 夹带剂容量为 1.5 mL, 2 mL 和 2.5 mL。然后残渣成分用 Van Soest [6] 分析法进行分析,得到木质素的降解率和木质素降解的最优条件。

## 2.3. 气相色谱-质谱联用(GC-MS)

仪器采用安捷伦公司 Agilent (7890B-5977A)。气相色谱条件: Agilent-DB-35MS (30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$ ); 保持 1 min, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温至 150 $^{\circ}\text{C}$ , 保持 2 min, 以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温至 270 $^{\circ}\text{C}$ , 保持 5 min; 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$ ; 气相与质谱接口温度: 270 $^{\circ}\text{C}$ 。载气为氮气, 载气流速 1.0 mL/min; 进样量 1  $\mu\text{L}$ , 分流比 20:1。质谱条件: 离子源为 EI 源, 离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$ ; 四极杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$ ; 溶剂延迟时间 3.5 min; 质量范围 33~550  $m/z$ 。

## 2.4. 扫描电镜分析(SEM)

本实验使用扫描电子显微镜(Hitachi S4800)观察超临界流体萃取前后芝麻秸秆样品,分别取适量的超临界萃取前后的试样和残渣镀金后固定在不同的载物台上,放入扫描仪器中,调整放大倍率,移动选择视野范围,观察超微结构,对选定的部位拍照。电子扫描的具体参数:加速电压 0.1~30 KV; 分辨率 1 nm; 金属镀膜厚度 5~10 nm。

# 3. 结果与讨论

## 3.1. 芝麻秸秆 CO<sub>2</sub> 超临界处理降解木质素

实验所用的未经超临界萃取的芝麻杆渣中纤维素含量为 53.40%、半纤维素含量为 18.67%、木质素含量为 27.3%。四因素三水平正交实验数据如表 1。

由表 1 可知:原料芝麻杆中的木质素与超临界萃取后的芝麻杆残渣中的木质素对比,原料中的木质素的含量远远大于残渣中木质素的含量,表明超临界 CO<sub>2</sub> 萃取芝麻杆中的木质素效果明显。在温度为 200 $^{\circ}\text{C}$ 、压力为 24 MPa、时间为 60 min、夹带剂(1,4-二氧六环) 1.5 mL 的超临界萃取条件下,脱木质素率可达到 80.84%以上。从正交试验极差法得到的 R 值来看,温度对木质素的含量的影响大于压力、时间和夹带剂的量所带来的影响。对于纤维素,纤维素的含量越高,其纸浆利用率就越高,由表 1 可知,最优条件是 A<sub>3</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>D<sub>3</sub>,即温度为 200 $^{\circ}\text{C}$ ,压力为 20 MPa,时间为 90 min,夹带剂的量为 2.5 mL。对于木质素,残渣中木质素的含量越低,超临界脱除率就越高,超临界萃取效果越显著,由此得出的最优条件为 A<sub>3</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>1</sub>,即温度为 200 $^{\circ}\text{C}$ ,压力为 24 MPa,时间为 90 min,夹带剂的量为 1.5 mL。同样得到的脱木质素率的最优条件也是 A<sub>3</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>1</sub>。

## 3.2. GC-MS 分析图谱

对九个试样的萃取液进行 GC-MS 分析,由于温度对实验的影响最大并且远远大于其它影响因素,故

重点选择三个不同温度下的萃取液进行分析,分别对 1、4、7 号试样进行 GC-MS 分析。1 号为温度 160℃、压力 16 Mpa、反应时间 30 min、夹带剂体积 1.5 mL; 4 号为温度 180℃、压力 16 Mpa、反应时间 60 min、夹带剂体积 2.5 mL; 7 号为温度 200℃、压力为 16 Mpa、反应时间 90 min、夹带剂体积 2 mL。三个试样总离子流图如图 2。

在 160℃条件下,萃取液中有 5-甲基-2-呋喃甲醛的相对含量达到 9.25%,说明在超临界萃取过程中,高分子量的木质素已经发生了相当程度的降解,其降解的程度不仅仅发生在木质素大分子的芳基醚键的断裂。在 160℃和 180℃条件下萃取液中甲苯的含量增加,间接反映了萃取过程中温度的升高甲氧基的断裂。

在 160℃的较低温度下,萃取液中主要有醛类和酚类(表 2),说明在 160℃下,芝麻杆中的木质素已经发生了一定程度的降解,随着温度的升高萃取液成分依然有酚类,同时还出现了二氧戊环类,这说明温度升高不仅木质素继续降解,芝麻杆中的纤维素、半纤维素、其他碳水化合物都发生了一定程度的降解。

### 3.4. 电镜分析图谱

采用扫描电镜观察预处理后的芝麻杆原料和超临界 CO<sub>2</sub> 萃取后的芝麻杆残渣的结构状态。

图 3 是芝麻秸秆原样的扫描电镜图像。由图中我们可以看到在超临界预处理之前,秸秆纤维束很好的链接在一起,并且整齐紧密的排列着,纤维表面光滑,有稀疏的微孔隙。在图 3(a)中可以看到弯曲细长条,形态松散,从图可以观察到这个细长条可能为秸秆纤维的初生壁微纤维。

从图 4 中我们可以看到在超临界萃取过后,样品表面的纤维不再是有秩序的,成束状的,并且在表面上孔洞和非晶态物质随处可见。这些非晶态物质可能是样品表面残留的木质素,也可能是木素碳水化合物复合体(LCC) [7]。在植物细胞壁中木质素是一个层状结构。研究表明,在制浆造纸过程中木质素碎片在溶解时会出现折叠卷曲,从而形成这种非晶态物质。

## 4. 结论

本文对芝麻杆中木质素在超临界 CO<sub>2</sub> 条件下的最优脱除条件进行了研究,温度是影响木质素脱除的最主要因素。通过正交试验和木质素含量以及脱木质素率的分析,可以得到脱木质素最优的实验条件是温度为 200℃,压力为 24 MPa、时间为 90 min、夹带剂 1,4-二氧六环体积为 1.5 mL。超临界 CO<sub>2</sub> 萃取过

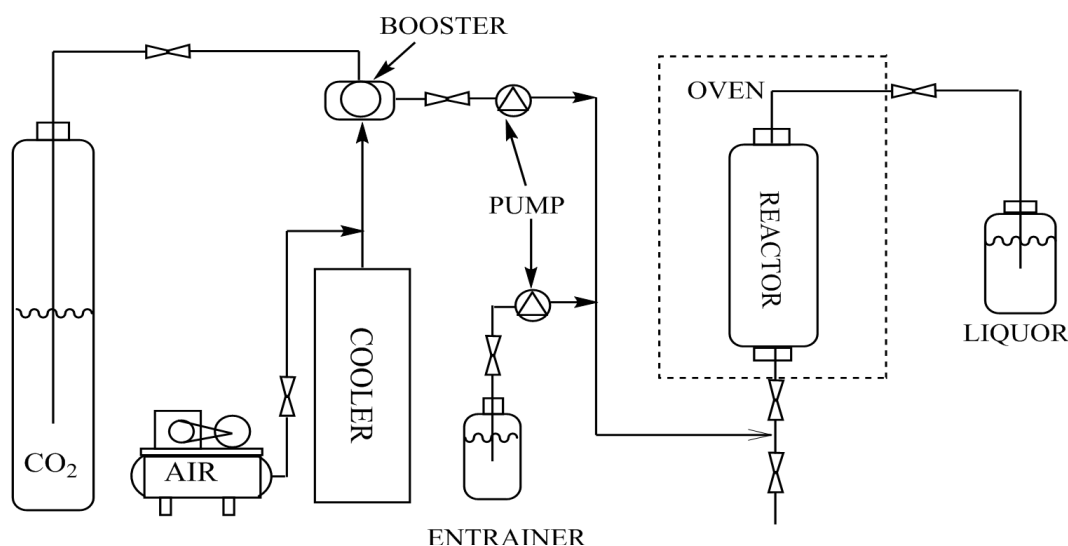


Figure 1. Simplified diagram of the supercritical extraction system model Spe-ed SFE-II

图 1. 超临界萃取系统模型的简化图 Spe-ed SFE-II

**Table 1.** Results of delignification test with CO<sub>2</sub>, supercritical fluid extraction on sesame straw  
**表 1.** 超临界 CO<sub>2</sub> 降解芝麻秸秆中木质素的正交试验设计和结果分析

序号 Test	A	B	C	D	a	b	c	d
No.	温度 Temp./°C	压力 Press/MPa	时间 Time/min	夹带剂 co-solvent content/mL	纤维素 pulp yield/%	半纤维素 Hemicellulose/%	木质素 Lignin/%	脱木质素率 Delignification yield/%
0	-	-	-	-	53.40	18.67	27.03	-
1	160	16	30	1.5	44.89	19.29	8.29	69.32
2	160	20	60	2	52.11	10.84	8.67	67.90
3	160	24	90	2.5	53.26	16.54	7.71	71.47
4	180	16	60	2.5	50.52	15.71	6.46	76.09
5	180	20	90	1.5	50.87	18.54	5.25	80.59
6	180	24	30	2	45.10	18.35	6.66	75.35
7	200	16	90	2	52.42	17.67	6.23	76.96
8	200	20	30	2.5	52.58	15.34	6.26	76.83
9	200	24	60	1.5	46.78	20.95	5.18	80.84
Ka <sub>1</sub>	50.09	49.28	47.52	47.51				
Ka <sub>2</sub>	48.83	51.85	49.80	49.88	纤维素含量 A <sub>3</sub> B <sub>2</sub> C <sub>3</sub> D <sub>3</sub>			
Ka <sub>3</sub>	50.59	48.38	52.18	52.12				
Ra	1.76	3.47	4.66	4.61				
Kb <sub>1</sub>	15.56	17.56	17.66	19.59	半纤维素含量 A <sub>3</sub> B <sub>3</sub> C <sub>1</sub> D <sub>1</sub>			
Kb <sub>2</sub>	17.53	14.91	15.83	15.62				
Kb <sub>3</sub>	17.99	18.61	17.58	15.86				
Rb	2.43	3.7	1.83	3.73	木质素含量 A <sub>3</sub> B <sub>3</sub> C <sub>3</sub> D <sub>1</sub>			
Kc <sub>1</sub>	8.22	6.99	7.07	6.24				
Kc <sub>2</sub>	6.12	6.72	6.77	7.18				
Kc <sub>3</sub>	5.89	6.39	6.39	6.81	脱木质素率 A <sub>3</sub> B <sub>3</sub> C <sub>3</sub> D <sub>1</sub>			
Rc	2.33	0.48	0.68	0.94				
Kd <sub>1</sub>	69.56	74.12	73.83	76.91				
Kd <sub>2</sub>	77.34	75.11	74.94	73.40				
Kd <sub>3</sub>	78.21	75.88	76.34	74.80				
Rd	8.65	1.76	2.51	3.51				

程中，木质素大分子的芳基醚键和甲氧基都会出现断裂。随着温度的升高萃取液成分依然有酚类，同时还出现了二氧戊环类，这说明随着温度升高不仅木质素继续降解，芝麻秆中的纤维素、半纤维素、其他碳水化合物都发生了一定程度的降解。使用电镜扫描对超临界萃取前后的芝麻秆渣做分析比较，结果表

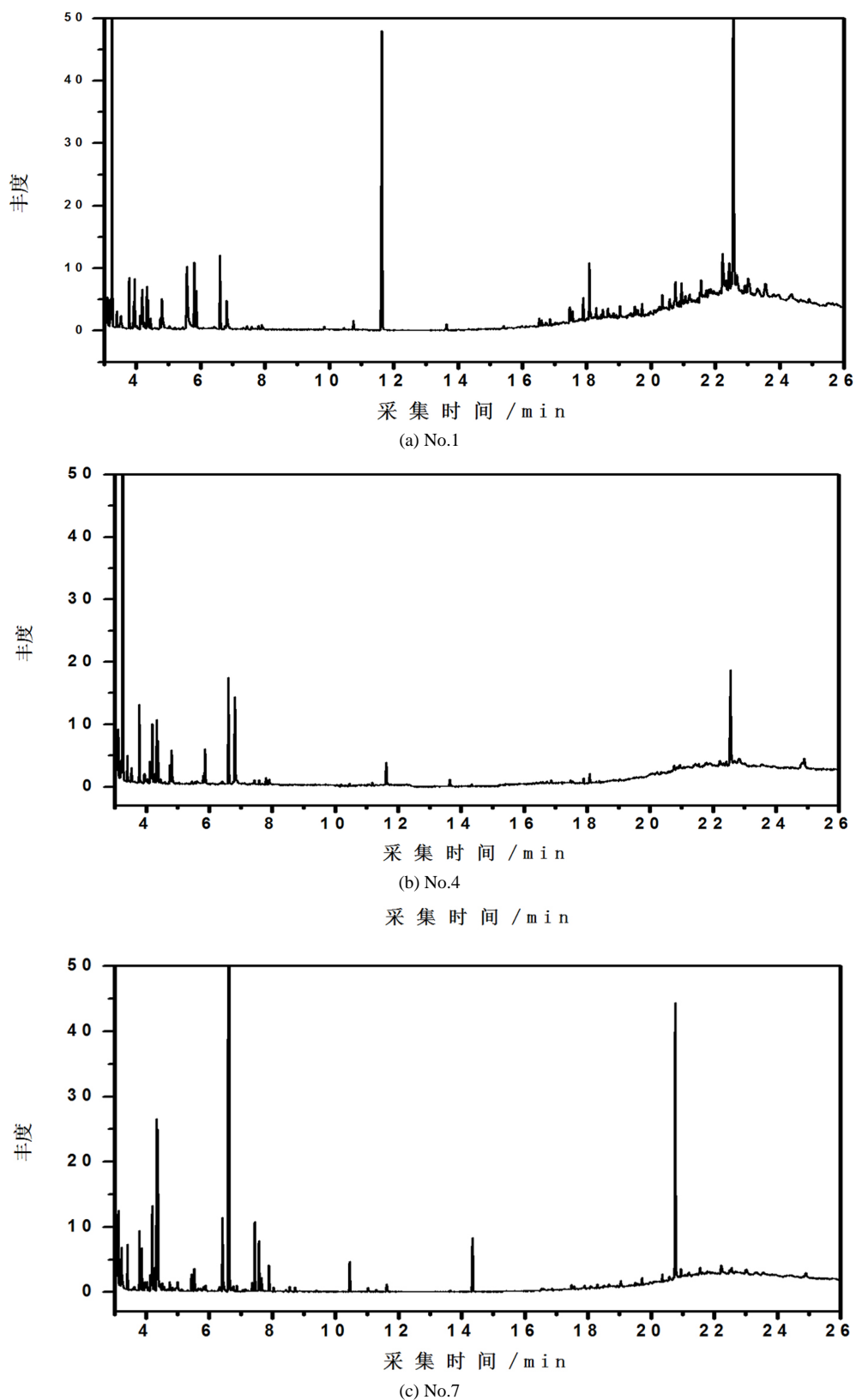
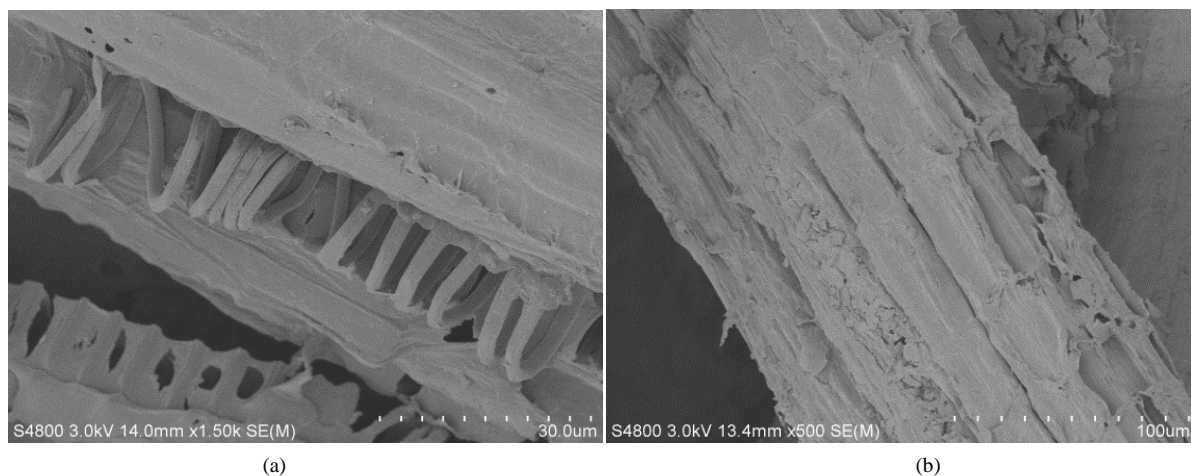


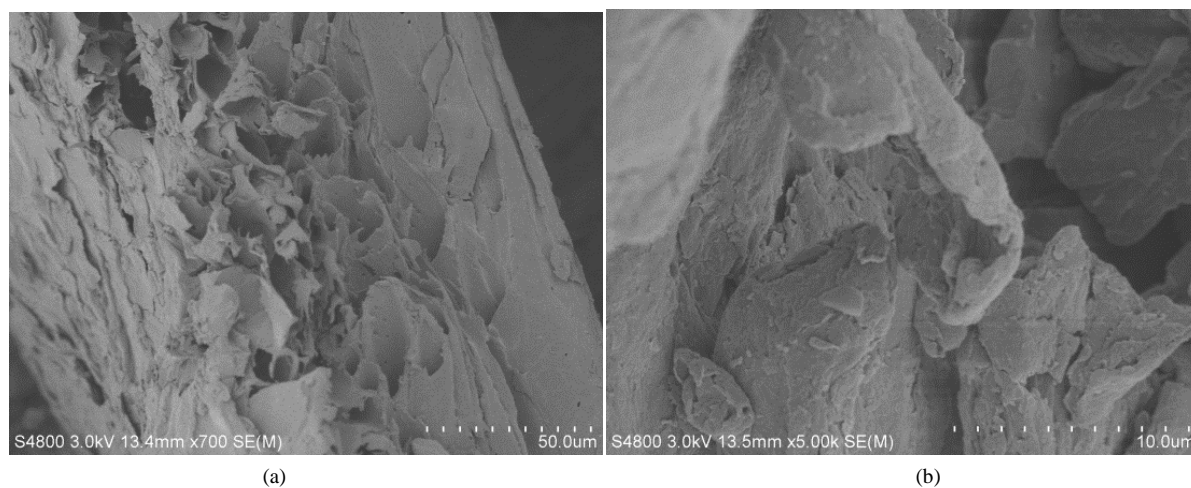
Figure 2. TIC of GC-MS of sesame straw supercritical extraction liquor  
图 2. 芝麻秸秆超临界萃取液的总离子流(TIC)图

**Table 2.** Chemical composition of supercritical extraction liquid for sesame straw  
**表 2.** 160℃超临界 CO<sub>2</sub> 萃取液的主要物质

RT/时间	化合物名称	化学式	分子量	峰面积/%			相似度/%
				a	b	c	
3.114	1,3-Dioxolane, 2-ethyl-2-乙基-1,3-二氧戊环	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	102.13	-	6.49	-	91.94
3.198	1,2-Ethanediol, monoformate 乙二醇甲酸酯	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	90.08	2.39	-	3.21	84.63
3.255	Toluene, 甲苯	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	92.15	46.58	100	-	98.84
3.405	Paraldehyde, 三聚乙醛	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	132.11	-	3.5	2.99	93.27
3.541	Glycidol, 环氧丙醇	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	74.08	-	2.61		87.04
3.784	2-Pentenal, 2-methyl-2-甲基-2-戊烯醛	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O	98.14	5.61	13.46	4.75	97.17
3.864	Ethanol,2-[(trimethylsilyl)oxy]2-三甲基硅氧基乙醇	C <sub>5</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub> Si	134.25	-	-	3.39	97.98
4.134	1,2-Ethanediol, monoacetate 乙二醇乙酸酯	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	104.10	2.26	-	-	97.44
4.199	1,3-Dioxolane, 2-propyl-2-乙基-1,3-二氧戊环	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	116.11	-	-	6.49	93.35
4.265	Hydrazine, 1,2-dipropyl-1,2-二丙基联氨	C <sub>6</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub>	116.20	-	-	1.47	82
4.340	1,3-Dioxolane, 2-methyl-2-甲基-1,3-二氧戊环	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	88.11	-	-	13.69	88.01
4.454	Benzene, 1,3-dimethyl-间二甲基苯	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.16	1.16	-	4.58	97.15
5.006	2,4-Hexadienal, (E,E)-2,4-己二烯醛	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O	96.13	-	-	1.13	94.38
5.537	1,3,6-Trioxocane, 2-methyl-2-甲基-1,3,6-三氧辛环	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	132.16	-	-	2.2	94.8
5.581	2-Butene-1,4-diol, 1,4-二羟基-2-丁烯	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	88.11	16.7	-	-	96.89
5.809	2-Furancarboxaldehyde, 5-methyl-5-甲基-2-呋喃甲醛	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	110.11	9.25	-	-	97.62
6.610	Ethanol,2-[2-(ethenoxy)ethoxy]-2-(2-烯氧基)乙氧基-1-乙醇	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	132.11	10.13	22.09	8.2	88.01
6.627	12-Crown-4, 12-冠-4	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>4</sub>	176.21	-	-	100	86.69
6.824	Hydroperoxide,1,4-dioxan-2-yl, 2-二氧己环基过氧化氢	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub>	120.09	-	22.78	-	94.04
7.448	Benzaldehyde, 4-methyl-对甲基苯甲醛	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O	120.15	-	-	7.448	98.51
7.585	5-Formyl-6-methyl-4,5-dihydropyran, 2,6-二甲基-5-醛基-4,5-二氢吡喃	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	126.15	-	-	4.99	91.95
10.459	Benzaldehyde, 4-(1-methylethyl)-对异丙基苯甲醛	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O	148.20	-	-	2.95	91.2
10.755	ortho-Methoxyacetophenone 邻甲氧基苯甲酸酯	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	150.19	1.43	-	-	97.16
11.634	4-Acetylanisole 对甲氧基苯乙酮	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	150.19	49.51	5.56	-	97.22
13.647	2,5-di-tert-Butyl-1,4-benzoquinone, 2,5-二叔丁基苯醌	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	220.23	1.26	1.95	-	84.5
14.348	ButylatedHydroxytoluene, 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220.41	-	-	14.348	95.5
18.088	Phenol,4-(1-methyl-1-phenylethyl)-4-异丙基苯酚	C <sub>15</sub> H <sub>16</sub> O	93	8.12	2.44	-	92.45
20.766	1-Naphthalenamine, N-phenyl-N-苯基-1-萘胺	C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> N	219.28	-	-	7.24	97.09
22.565	Phenol,2,4-bis(1-methyl-1), 2,4-二异丙基苯酚	C <sub>24</sub> H <sub>26</sub> O	330.11	100	24.26	-	92.27



**Figure 3.** Pictures of original sesame straw  
**图 3.** 未经超临界萃取的芝麻秸秆样品



**Figure 4.** Scanning electron microscopy (SEM) picture of supercritical after  
**图 4.** 超临界萃取后的芝麻秸秆样品

明在超临界处理之后样品表面有许多孔洞和非晶态无定形物质该物质可能是残余木质素或木素碳水化合物复合体。

### 基金项目

2015-2016 年度省重点实验室开放基金项目，农林废弃物中木质纤维的高值化利用(PA160212)。

### 参考文献 (References)

- [1] Tillman, L. (1989) Effective Utilization of Lignocellulosic Substrat: Process development of Supercritical Fluid Pulping and Transport Mechanisms Involved in Hemicellulose Hydrolysis. Ph.D. Thesis, Auburn University, Hefei, 251.
- [2] Pasquini, D., Pimenta, M.T.B., Ferreira, L.H. and Curvelo, A.A.S. (2005) Extraction of Lignin from Sugar Cane Bagasse and Pinustaeda Wood Chips Using Ethanol-Water Mixtures and Cabron Dioxide at High Pressure. *Journal of Supercritical Fluids*, **36**, 31-39. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2005.03.004>
- [3] Pasquinia, D., Pimenta, M.T.B., Ferreirab, L.H. and Curvelo, A.A.S. (2005) Sugar Cabe Bagasse Pulping Using Supercritical CO<sub>2</sub> Associated with CO<sub>2</sub>-Solvent 1-Butano/Water. *Journal of Supercritical Fluids*, **34**, 125-131. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2004.11.005>



- 
- [4] Machado, A.S.R., Sardinha, R.M.A., DeAzevedo, E.G., *et al.* (1994) High Pressure Delignification of Eucalyptus Wood by 1,4 Dioxane CO<sub>2</sub> Mixtures. *The Journal of Supercritical Fluids*, **7**, 87-92.  
[https://doi.org/10.1016/0896-8446\(94\)90044-2](https://doi.org/10.1016/0896-8446(94)90044-2)
- [5] 刘江燕, 武书彬. 稻草和毛竹 CO<sub>2</sub> 超临界流体萃取脱木质素研究[J]. 北京林业大学学报, 2011, 33(2): 25-45.
- [6] Van Soest, P.J., Robertson, J.B. and Lewis, B.A. (1991) Methods for Dietary Fiber, Neutral Detergent Fiber, and Non-starch Polysaccharides in Relation to Animal Nutrition. *Journal of Dairy Science*, **74**, 3583-3597.  
[https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(91\)78551-2](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(91)78551-2)
- [7] Donohoe, B.S., Decker, S.R., Tucker, M.P., *et al.* (2008) Visualizing Lignin Coalescence and Migration through Maize Cell Walls Following Thermochemical Pretreatment. *Biotechnology and Bioengineering*, **101**, 913-925.  
<https://doi.org/10.1002/bit.21959>

期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [wjf@hanspub.org](mailto:wjf@hanspub.org)