

新材料技术

## 玉米秸皮微晶纤维素制备实验研究及参数优化

常江, 金向阳, 巩雪, 聂义然  
(哈尔滨商业大学, 哈尔滨 150028)

**摘要:** **目的** 开辟玉米秸秆综合利用的新途径, 减少对环境的污染和破坏。**方法** 利用玉米秸皮进行微晶纤维素的制备, 并对制备的微晶纤维素的成分、含量及不同制备条件下微晶纤维素的聚合度进行测定和分析。**结果** 根据实验结果可知, 当反应时间为 69 min, 反应温度为 50 °C, 纤维素酶质量为 0.98 g 时, 玉米秸皮微晶纤维素的聚合度取得最优值为 104; 同时, 利用响应面法分析了各因素对响应值的影响规律, 建立了回归方程, 根据方差分析结果, 所建立的方程具有极显著性。**结论** 玉米秸皮微晶纤维素的制备及在喷墨打印纸制备产业的应用, 为玉米秸秆的综合利用提供了有效的途径。

**关键词:** 玉米秸皮; 微晶纤维素; 聚合度; 参数优化

中图分类号: TS721<sup>+</sup>.4 文献标识码: A 文章编号: 1001-3563(2020)01-0063-07

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2020.01.010

### Experimental Study on Preparation of Microcrystalline Cellulose of Corn Straw Skin and Optimization of Parameters

CHANG Jiang, JIN Xiang-yang, GONG Xue, NIE Yi-ran

(Harbin University of Commerce, Harbin 150028, China)

**ABSTRACT:** The paper aims to open up a new way for comprehensive utilization of corn straw and reduce the pollution and damage to the environment. The microcrystal cellulose was prepared from corn straw skin; and the composition, content and polymerization degree of microcrystal cellulose under different preparation conditions were determined and analyzed. According to the experimental results, when the reaction time was 69 min, the reaction temperature was 50 °C and the amount of cellulose was 0.98 g, the optimum value of polymerization degree of microcrystalline cellulose in corn straw skin was 104. At the same time, the influence of each factor on the response value was analyzed by response surface method; and the regression equation was established. According to the results of variance analysis, the established equation was very significant. The preparation of corn straw skin microcrystal cellulose and its application in preparation of ink-jet printing paper provide an effective way for the comprehensive utilization of the corn straw.

**KEY WORDS:** corn straw skin, microcrystal cellulose, degree of polymerization, parameter optimization

玉米是我国主要的农作物之一, 种植面积大、分布范围广。虽然我国每年都会产生 2 亿多吨的玉米秸秆, 但仅有很少的一部分玉米秸秆被有效利用。有些直接被焚烧, 也有些因长久堆放而腐烂, 不仅造成了严重的资源浪费, 还对环境造成了严重污染, 进而会危害人身财产安全, 因此研究如何提高玉米秸秆的回

收利用率具有非常重要的意义<sup>[1]</sup>。

微晶纤维素 (Microcrystalline Cellulose) 是一种由  $\beta$ -1,4 葡萄糖苷键连接的直链多糖, 是纤维素水解至极限聚合度的产物<sup>[2-3]</sup>。其虽既不溶于水、稀酸, 也不溶于油脂等有机溶剂, 但能在稀碱溶液中部分润胀、溶解, 能发生具有较高反应性能的乙酰化、脂化、

收稿日期: 2019-08-29

基金项目: 2017 年度哈尔滨商业大学校级科研项目 (17XN019)

作者简介: 常江 (1982—), 男, 哈尔滨商业大学副教授、硕导, 主要研究方向为环保新材料的开发与综合利用技术。

羧甲基化等反应,在化学改性方面具有很大的应用价值<sup>[4-6]</sup>。由于微晶纤维素具极低的聚合度、较大的比表面积、疏松的结构等特点,因此被广泛使用在纸制品、化妆品、医药、革制品、食品等领域。目前,木材、棉花是生产微晶纤维素的主要原材料。有一些研究人员利用甘蔗、花生壳、石榴废弃物、沙柳、玉米芯、小麦秸秆等产品制备了微晶纤维素。利用一些天然植物废弃物制备微晶纤维素可以减少环境污染、提高天然植物废弃物利用率,还能减少对木材、棉花等的需求<sup>[7-9]</sup>。文中旨在利用玉米秸秆提取高聚合度的微晶纤维素,从而为玉米秸秆的综合再利用提供有效途径和技术支持。

## 1 实验

### 1.1 材料

#### 1.1.1 原料

实验以玉米秸秆为主要原料,主要收购于哈尔滨市松北区。

#### 1.1.2 主要试剂

实验过程中使用的主要试剂见表1。

表1 主要试剂  
Tab.1 Main reagents

名称	生产厂家	规格
漆酶	洁尚生物科技	食品级
次氯酸钠 (NaClO)	哈尔滨试剂化工厂	分析纯
纤维素酶	酷尔化学科技(北京)有限公司	食品级
氧化镉 (CdO)	上海展云化工有限公司	分析纯
乙二胺 (NH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub> )	天津市盛森精细化工有限公司	分析纯
重铬酸钾 (K <sub>2</sub> CrO <sub>7</sub> )	天津市凯通化学试剂有限公司	分析纯
邻菲罗啉(邻二氮菲)	天津市大茂化学试剂厂	分析纯
硫酸亚铁铵 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	天津市大茂化学试剂厂	优级纯

#### 1.1.3 仪器设备

实验过程中使用的主要仪器设备见表2。

### 1.2 玉米秸皮制备微晶纤维素的工艺流程

工艺流程:玉米秸秆→分切(每段20g)→NaOH蒸煮1.5h(除半纤维素和果胶等)→漆酶10g,于55℃下水浴140min(除木质素)→NaClO漂白30min→纤维素酶处理→干燥→研磨→微晶纤维素。

表2 主要仪器设备  
Tab.2 Main instruments and equipments

名称	生产厂家	型号
电子天平	余姚纪铭称重校验设备有限公司	JM5002
蒸煮锅(电热锅)	淄博新发电器厂	CCFG-1300型
网筛	浙江上虞市华丰五金仪器有限公司	GB/T6003.1-1997
数显恒温水浴锅	国华电器有限公司	HH-4
电热鼓风干燥箱	天津市泰斯特仪器有限公司	WGL-65B
数显磁力搅拌器	上海梅香仪器有限公司	85-2
离心机	上海安亭科学仪器厂	TGL-16C
乌氏粘度计	无	无

### 1.3 微晶纤维素的鉴定方法

#### 1.3.1 初步鉴定

根据《中国药典》(2010年,第2版),微晶纤维素的鉴别方法为:称取制备的玉米秸皮微晶纤维素样品10mg,放在表面皿上,然后对其加2mL氯化锌碘试液,若微晶纤维素样品变为蓝色,说明制备的样品为微晶纤维素;否则制备的样品不是微晶纤维素<sup>[10-11]</sup>。

#### 1.3.2 玉米秸皮微晶纤维素样品纤维素含量测定

1) 镉乙二胺溶液的配制。量取480mL蒸馏水,加入到1000mL烧杯中,再量取220mL的乙二胺加入此烧杯中混合;然后加入54g氧化镉(CdO),将混合物进行冰水浴磁力搅拌1h,并将制得的溶液放入冰箱中保存过夜。取出溶液后在25℃(室温)条件下放置1~2h;随后离心过滤去除白色沉淀,得到清亮的镉乙二胺溶液<sup>[12]</sup>。

2) 微晶纤维素含量测定。微晶纤维素是由β-1,4葡萄糖苷键连接的一种直链多糖,是纤维素水解至极限聚合度的产物,极限聚合度在15~375之间。微晶纤维素有3个主要的基本特征:平均聚合度达到极限聚合度值;具有纤维素I的晶格特征;具有极强的吸水性,且在水介质中经强力剪切作用后具有生成胶的能力。只有同时具有这3个基本特征,纤维素的水解产物才是微晶纤维素。

准确称取0.25g玉米秸皮微晶纤维素样品,将其放入到250mL的烧杯中,量取50mL去离子水加入到锥形瓶中,再量取配置好的重铬酸钾溶液50mL加入其中,摇晃使其混匀;然后量取100mL配置好的硫酸溶液加入到此烧杯,迅速加热使溶液沸腾,然后放置,冷却到室温;再将此溶液转移到500mL容量瓶中,加水至容量瓶刻度线,摇晃混匀。量取50mL

配置好的溶液放入到 100 mL 烧杯中, 向此烧杯中滴加 3 滴配置好的邻二氮菲指示液, 然后滴定硫酸亚铁铵滴定液 (浓度为 0.1 mol/L), 并将滴定结果用空白试验校正<sup>[13]</sup>。每 1 mL 硫酸亚铁铵滴定液 (浓度为 0.1 mol/L) 相当于 0.675 mg 的微晶纤维素<sup>[14]</sup>。滴定过程中颜色由橘红色到浅黄色, 再突变到亮绿色即为终点<sup>[15-16]</sup>。微晶纤维素含量的计算见式 (1)。

$$\text{微晶纤维素含量} = \frac{0.675(V_1 - V_2)c}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:  $c$  为硫酸亚铁铵溶液的浓度 (mol/L);  $V_1$  为空白试验硫酸亚铁铵溶液的体积 (mL);  $V_2$  为微晶纤维素样品的硫酸亚铁铵用量 (mL);  $m$  为样品质量 (g); 1 mL 浓度为 0.1 mol/L 的硫酸亚铁铵溶液中的微晶纤维素质量为 0.675 g。

### 1.3.3 微晶纤维素样品聚合度 (DP) 的测定

证明微晶纤维素性质的物化指标主要有聚合度、结晶度、结晶形态、粒度、吸水值、比表值、容重、凝胶性能、流动性、化学成分、反应性能等, 其中最重要的指标为微晶纤维素的聚合度。聚合度是指纤维素中重复的葡萄糖结构单元个数, 当聚合度在 15~375 之间就可以判定测试样品的聚合度达到了微晶纤维素聚合度的标准。

称取 0.04 g 玉米秸皮微晶纤维素样品, 放入到 50 mL 烧杯中, 再量取 20 mL 配制好的铜乙二胺溶液, 加入到此烧杯中, 通过磁力搅拌使玉米秸皮微晶纤维素样品溶解。在 25 °C (室温条件) 时, 利用乌式粘度计分别测定纯溶剂和微晶纤维素样品铜乙二胺溶液在乌式粘度计毛细管内流出的时间, 计算出玉米秸

皮微晶纤维素样品的聚合度<sup>[17-19]</sup>。

$$D_p^{0.76} = \frac{2.38 \times 10^{-6}(t - t_0)}{c_1(0.29t + 0.71t_0)}$$

式中:  $t, t_0$  分别为聚合物溶液与溶剂在毛细管内的流出时间;  $c_1$  为聚合物溶液的浓度;  $D_p$  为微晶纤维素的聚合度。

## 2 实验设计及结果分析

### 2.1 微晶纤维素的初步鉴定

初步鉴定选择氯化锌碘试液法, 称取制备好的玉米秸秆微晶纤维素 10 mL, 放在洁净的玻璃片上, 加 2 mL 氯化锌碘试液, 观察结果见图 1。

根据初步鉴定, 制备的玉米秸皮纤维素样品为微晶纤维素。

### 2.2 玉米秸皮微晶纤维素含量测定

根据玉米秸皮微晶纤维素含量测定方法, 称取 0.25 g 制备好的微晶纤维素进行变色实验, 测得  $V_1$  为 41.2 mL,  $V_2$  为 38.6 mL。根据公式计可知, 样品中微晶纤维素的质量分数为 70.2%。变色实验过程见图 2。

### 2.3 玉米秸皮微晶纤维素制备的最优工艺参数研究

#### 2.3.1 实验因素水平

利用 Design-Expert 中的 CCD 设计法进行实验设计, 实验因素包括反应时间、反应温度、纤维素酶的

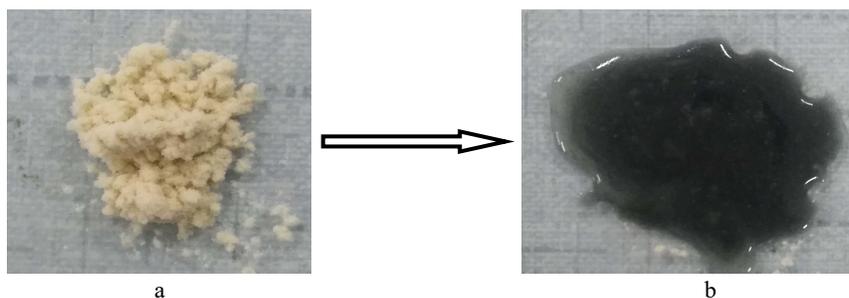


图 1 玉米秸秆微晶纤维素样品的初步鉴定结果

Fig.1 Preliminary identification result of the corn straw microcrystalline cellulose sample

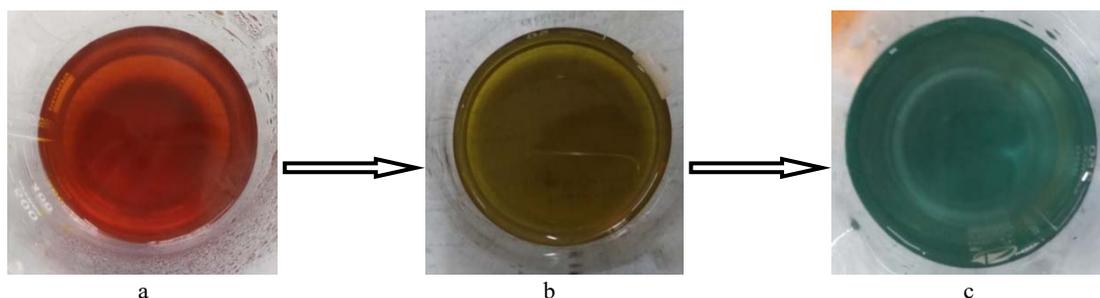


图 2 玉米秸皮微晶纤维素变色实验

Fig.2 Discoloration experiment of microcrystalline cellulose from corn straw skin

用量<sup>[20-21]</sup>, 其参数范围分别设置为 50~90 min, 40~60 °C, 0.8~1.2 g, 见表 3。

### 2.3.2 实验安排与结果

根据中心组合设计方法的设计原理<sup>[22-23]</sup>, 进行了实验安排和设计, 得到的实验结果见表 4。

## 2.4 玉米秸皮微晶纤维素制备工艺参数确定

### 2.4.1 回归方程的建立及方差分析

1) 回归方程的建立。根据表 4 所得实验数据, 建立响应值与实验因素的回归模型:

$$Y=820.90-6.47A-9.37B-419.53C-0.01AB+0.25A C-4.50BC+0.04A^2+0.16B^2+299.68C^2$$

2) 回归模型方差分析。根据表 4 所示实验结果和所建立的回归方程, 利用方差分析可以得到各实验因素对响应值影响的显著性差异, 方差分析结果见表 5。

### 2.4.2 玉米秸皮微晶纤维素聚合度响应面分析

响应面分析法能够给出直观的三维立体响应面以及等高线, 能够直观反映出当 1 个因素固定在中心值不变时, 其他 2 个因素的相互作用对微晶纤维素聚

合度值的影响。利用 Design-Expert 软件对所得结果分析作出响应面图, 其因素间的响应面图像及等高线图像见图 3。

表 4 实验安排与结果

Tab.4 Experimental arrangements and results

序号	反应时间 (A)/min	反应温度 (B)/°C	纤维素酶用量(C)/g	聚合度(Y)
1	70.00	50.00	1.34	164.00±0.02
2	50.00	40.00	1.20	195.00±0.03
3	90.00	40.00	1.20	152.00±0.07
4	70.00	50.00	0.66	159.00±0.05
5	50.00	60.00	0.80	233.00±0.02
6	70.00	66.82	1.00	197.00±0.02
7	70.00	50.00	1.00	135.00±0.04
8	70.00	50.00	1.00	130.00±0.08
9	103.64	50.00	1.00	173.00±0.03
10	90.00	40.00	0.80	150.00±0.01
11	90.00	60.00	1.20	138.00±0.02
12	70.00	33.18	1.00	146.00±0.04
13	90.00	60.00	0.80	178.00±0.07
14	70.00	50.00	1.00	140.00±0.03
15	36.36	50.00	1.00	178.00±0.05
16	70.00	50.00	1.00	105.00±0.01
17	50.00	40.00	0.80	203.00±0.03
18	50.00	60.00	1.20	195.00±0.02
19	70.00	50.00	1.00	132.00±0.01
20	70.00	50.00	1.00	133.00±0.03

表 3 实验因素水平

Tab.3 Level table of experimental factors

因素	反应时间/min	反应温度/°C	纤维素酶用量/g
-α	36.3641	33.1821	0.663 641
-1	50	40	0.8
0	70	50	1
1	90	60	1.2
α	103.636	66.8179	1.336 36

表 5 方差分析

Tab.5 Variance analysis

方差来源	总和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	15 285.99	9	1698.44	4.480	0.0094	**
A	3429.26	1	3429.26	9.050	0.0131	*
B	1233.13	1	1233.13	3.260	0.0101	*
C	418.40	1	418.40	1.100	0.0318	*
AB	32.00	1	32.00	0.084	0.7772	不显著
AC	8.00	1	8.00	0.021	0.0089	**
BC	648.00	1	648.00	1.710	0.0220	*
A <sup>2</sup>	4766.40	1	4766.40	12.590	0.0053	**
B <sup>2</sup>	4053.93	1	4053.93	10.700	0.0084	**
C <sup>2</sup>	2524.94	1	2524.94	6.670	0.0273	*
残差	3787.21	10	378.72			
失拟项	3028.37	5	605.67	3.990	0.0775	不显著
纯误差	758.83	5	151.77			
总和	19 073.20	19				

注: \*表示显著 (P < 0.05); \*\*表示极显著 (P < 0.01)

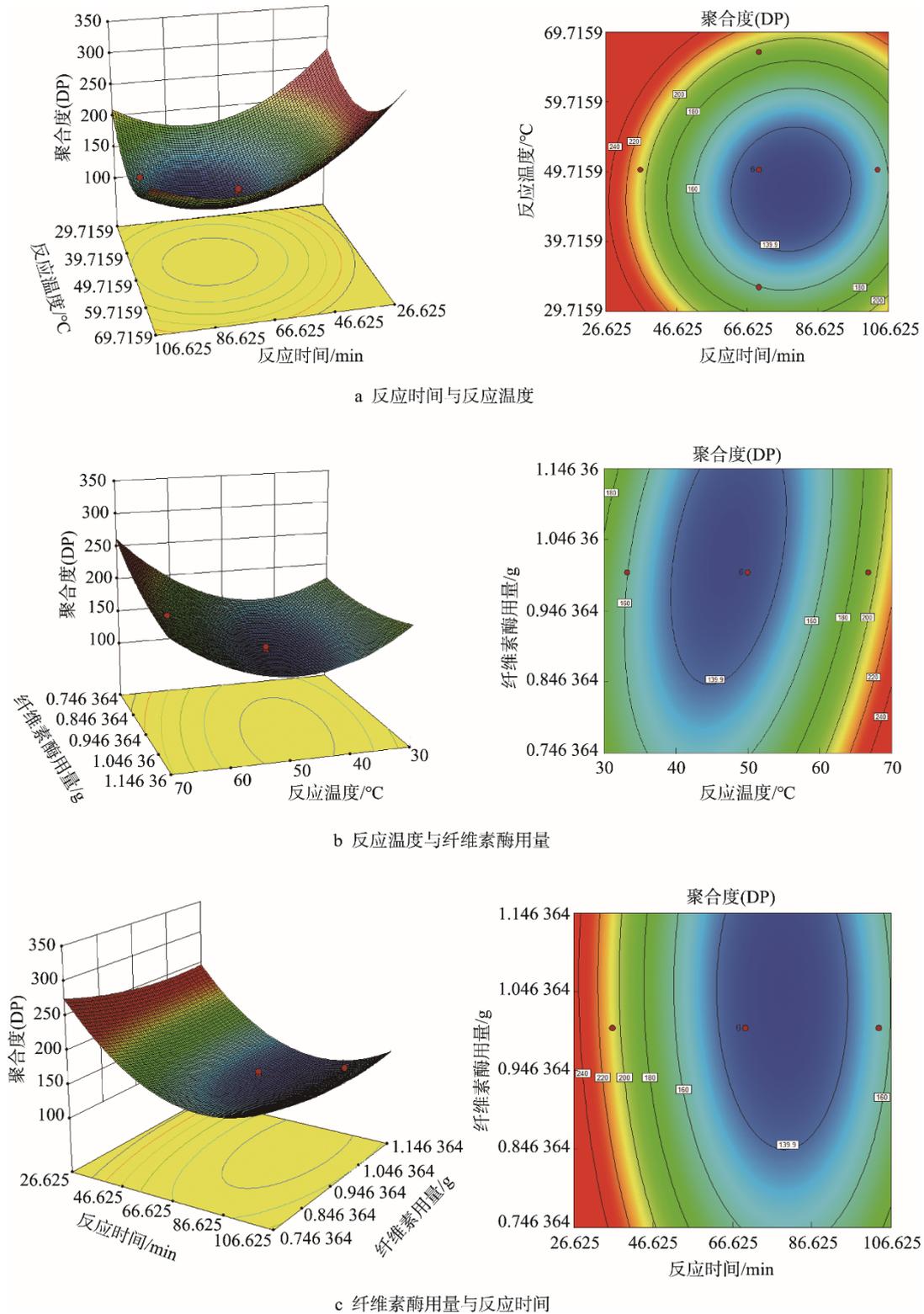


图 3 实验因素与响应值之间的响应面曲线和等高线

Fig.3 Response surface curves and contours between experimental factors and response values

等高线的形状可以直观表示因素间交互作用的显著性，当等高线为椭圆或接近椭圆形时，表示因素间交互作用显著；当等高线形状为圆形时，表示因素建的交互作用不明显。由图 3 可以看出，因素 A 和因素 B 的交互作用对聚合度值的影响呈现不显著性，因

素 B 和因素 C、因素 A 和因素 B 之间的交互作用对聚合度的影响呈现明显的显著性。由响应面曲线可以看出，各曲线都呈现出比较明显的坡度，说明各因素对响应值的影响较显著，所建立的回归模型能够较好地说明响应值与各因素之间的变化规律。

### 2.4.3 最佳工艺参数的确定

在 Design-Expert 软件中,单击 Optimization 下面的 Numerical,在 Goal 选项中选择 Maximize,可以优化最佳条件。结合单因素条件分析以及多因素响应面、等高面图像分析总结出最优试验参数:反应时间为 69 min,反应温度为 50 °C,纤维素酶用量 0.98 g,玉米秸秆皮微晶纤维素的聚合度最优值为 104。

## 3 结语

根据实验研究,找到了玉米秸皮微晶纤维素制备的最佳工艺参数,提高了玉米秸皮微晶纤维素制备的效率,为微晶纤维素的产业化生产提供了理论依据和技术支持。利用玉米秸秆皮制备微晶纤维素,不仅使玉米秸秆得到了有效利用,而且能降低微晶纤维素的生产成本,将制备的微晶纤维素应用于喷墨打印纸的制备,既能够扩展微晶纤维素的应用范围又能降低喷墨打印纸的生产成本,是玉米秸秆行之有效的综合利用途径之一。

### 参考文献:

- [1] 曹咏梅,黄科林,吴睿,等.微晶纤维素的性质、应用及市场前景[J].企业科技与发展,2009(12):48—51.  
CAO Yong-mei, HUANG Ke-lin, WU Rui, et al. Properties, Applications and Market Prospects of Microcrystal Cellulose[J]. Enterprise Science, Technology and Development, 2009(12): 48—51.
- [2] 张波,姚日生,方强,等.SO-3联合NH-3预处理稻草秸秆制备微晶纤维素[J].生物加工过程,2015,13(2):60—64.  
ZHANG Bo, YAO Ri-sheng, FANG Qiang, et al. Microcrystal Cellulose Was Prepared by Pretreatment of Straw With SO-3 and NH-3[J]. Biological Processing, 2015, 13(2):60—64.
- [3] 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.  
SHI Huan-xian, ZHANG Yan-lei, SONG Zhong-xing, et al. Study on the Preparation of Microcrystal Cellulose and Dietary Fiber from Pomegranate Waste[J]. Cellulose Science and Technology, 2016, 24(2): 52—59.
- [4] 袁毅,张黎明,高文远.穿龙薯蓣微晶纤维素的制备及其理化性质研究[J].生物质化学工程,2007,41(4):22—26.  
YUAN Yi, ZHANG Li-ming, GAO Wen-yuan. Preparation and Physicochemical Properties of Microcrystalline Cellulose from Dioscorea Zingiberensis[J]. Biomass Chemical Engineering, 2007, 41(4): 22—26.
- [5] 王运刚.植物纤维制备微晶纤维素的研究[D].济南:齐鲁工业大学,2015:8—10.  
WANG Yun-gang. Study on the Preparation of Microcrystalline Cellulose by Plant Fiber[D]. Jinan: Qilu University of Technology, 2015: 8—10.
- [6] 王文强.豆渣微晶纤维的制备、表征及其吸附特性研究[D].芜湖:安徽工程大学,2012:6—7.  
WANG Wen-qiang. Preparation, Characterization and Adsorption Characteristics of Microcrystalline Fiber from Soybean Dregs[D]. Wuhu: Anhui University of Engineering, 2012: 6—7.
- [7] 范琳,王少君,李坤兰.咪唑类离子液体在纤维素酶降解纤维素体系中的作用[J].化工学报,2015,66(1):121—125.  
FAN Lin, WANG Shao-jun, LI Kun-lan. The Role of Imidazole Ionic Liquids in Cellulase Degradation of Cellulose[J]. Journal of Chemical Engineering, 2015, 66(1): 121—125.
- [8] 李金宝,张向荣,张美云,等.碱处理精制合成革用麦草微晶纤维素[J].纸和造纸,2014,33(1):8—12.  
LI Jin-bao, ZHANG Xiang-rong, ZHANG Mei-yun, et al. Wheat Straw Microcrystal Cellulose for Leather Synthesis by Alkali Treatment[J]. Paper and Papermaking, 2014, 33(1): 8—12.
- [9] 刘恩岐,张建萍,唐仕荣,等.酶法制备大豆皮微晶纤维素及其理化特性[J].食品科学,2012,33(24):122—126.  
LIU En-qi, ZHANG Jian-ping, TANG Shi-rong, et al. Enzymatic Preparation of Soybean Skin Microcrystalline Cellulose and Its Physical and Chemical Properties[J]. Food Science, 2012, 33(24): 122—126.
- [10] 黄明星.沙柳制备微晶纤维素的工艺研究[D].郑州:郑州大学,2014:16—20.  
HUANG Ming-xing. Study on the Preparation of Microcrystalline Cellulose by Sand Willow[D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2014: 16—20.
- [11] 王彝,潘高峰,黄科林.玉米秸秆及纤维素高值化应用的研究进展[J].大众科技,2014,16(184):54—55.  
WANG Ben, PAN Gao-feng, HUANG Ke-lin. Research Progress on the Application of Corn Stalk and Cellulose High-carbon Fiber[J]. Popular Science & Technology, 2014, 16(184): 54—55.
- [12] 李克贤.近临界水中蔗渣微晶纤维素的制备工艺及性质研究[D].桂林:广西师范学院,2011:18—20.  
LI Ke-xian. Preparation and Properties of Bagasse Microcrystalline Cellulose in Near-critical Water[D]. Guilin: Guangxi Normal College, 2011: 18—20.
- [13] 李国成,刘春霞,余晓霞.微晶纤维素的含量测定[J].第三军医大学学报,2009,31(19):1914—1915.  
LI Guo-cheng, LIU Chun-xia, YU Xiao-xia. Determination of Microcrystal Cellulose[J]. Journal of Third Military Medical University, 2009, 31(19): 1914—1915.
- [14] 张波.稻草秸秆微晶纤维素的制备及木质纤维酸解过程中反应的研究[D].合肥:合肥工业大学,2014:

- 13—16.  
ZHANG Bo. Preparation of the Straw Microcrystalline Cellulose and the Study of the Reaction in the Process of the Acidolysis of the Wood Fiber[D]. Hefei: Harbin Institute of Technology, 2014: 13—16.
- [15] IBRAHIM M M, ZAWAWY W E, JÜTTKE Y, et al. Cellulose and Microcrystalline Cellulose from Rice Straw and Banana Plant Waste: Preparation and Characterization[J]. *Cellulose*, 2013, 20(5): 2403—2416.
- [16] JAHAN M S, SAEED A, HE Z, et al. Jute as Raw Material for the Preparation of Microcrystalline Cellulose[J]. *Cellulose*, 2011, 18(2): 451—459.
- [17] JIA F, LIU H J, ZHANG G G. Preparation of Carboxymethyl Cellulose from Corn cob[J]. *Procedia Environmental S*[J]. *Procedia Environmental Sciences*, 2016, 31(1): 98—102.
- [18] CP A, AO O. Physicochemical, Spectroscopic and Thermal Properties of Microcrystalline Cellulose Derived From Corn Cobs[J]. *International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture*, 2012, 1(1): 1—7.
- [19] 韩其亮, 吴政. 氢氧化二乙二胺合镉(II)溶液对纤维素纤维的溶解性能[J]. *北京服装学院学报(自然科学版)*, 2009, 29(4): 27—31.  
HAN Qi-liang, WU Zheng. Solubility of Cellulose Fiber by Diethylenediamine Cadmium Hydroxide (II) Solution[J]. *Journal of Beijing Institute of Garment (Natural Science Edition)*, 2009, 29(4): 27—31.
- [20] 吕家华. 纤维素酶对纤维素纤维的作用[D]. 上海: 东华大学, 2003: 26—33.  
LYU Jia-hua. Effect of Cellulase on Cellulose Fiber[D]. Shanghai: Donghua University, 2003: 26—33.
- [21] 韩其亮. 溶解法鉴别纤维素纤维研究[D]. 北京: 北京服装学院, 2010: 22—27.  
HAN Qi-liang. Studies on Identification of Cellulose Fiber by Dissolution[D]. Beijing: Beijing Institute of Clothing, 2010: 22—27.
- [22] 余小翠, 刘高峰. 响应面分析法在中药提取和制备工艺中的应用[J]. *中药材*, 2010, 33(10): 1651—1655.  
YU Xiao-cui, LIU Gao-feng. Application of Response Surface Analysis in Extraction and Preparation of Traditional Chinese Medicine[J]. *Traditional Chinese Medicinal Materials*, 2010, 33(10): 1651—1655.
- [23] 李莉, 张赛, 何强, 等. 响应面法在试验设计与优化中的应用[J]. *实验室研究与探索*, 2015, 34(8): 41—45.  
LI Li, ZHANG Sai, HE Qiang, et al. Application of Response Surface Method in Test Design and Optimization[J]. *Laboratory Research and Exploration*, 2015, 34(8): 41—45.