doi:10.6041/j.issn.1000-1298.2026.17.032

NaOH –水热结合挤压制备稻秸纤维原料工艺参数优化

艾文可　孙超然　蒋　蘋　孙松林　周纪峰　扈哲晗　高崇风
（湖南农业大学机电工程学院，长沙 410128）

摘要：针对传统农作物秸秆纤维原料制备过程效率低、化学污染严重等问题，以水稻秸秆为对象，提出了一种基于 NaOH –水热结合挤压处理的稻秸纤维原料制备方法。系统考察了不同 NaOH/水热结合挤压处理对稻秸纤维组成成分、微观形貌、化学结构及材料性能的影响，并以固体得率和抗张指数为指标，采用响应面法对工艺参数进行优化。结果表明，先碱后水热处理（A + HE）有利于纤维的温和解构，其长径比大于 10 的纤维占比达到 89.09%，抗张指数最高为 4.96 N·m/g；而 NaOH –水热同步处理（AHE）的固体得率最低（35.99%），抗张指数较 A + HE 降低 26.01%。相关性分析表明，抗张指数的提升并非依赖单一因素，而是受组分、结构和氢键等多重效应的协同作用影响。响应面分析证实 NaOH 质量分数和水热温度与抗张指数存在显著的交互作用，优化得到的最佳工艺参数为：NaOH 质量分数 1.43%、水热温度 72.6℃，在此条件下材料抗张指数提升至 5.75 N·m/g，固体得率为 59.13%，试验结果与模型预测高度一致。因此，通过 NaOH –水热结合挤压处理可在降低化学污染和减少能耗的同时，实现对稻秸纤维原料的连续化制备。

关键词：水稻秸秆；NaOH 处理；纤维原料；水热；挤压；工艺优化
中图分类号：S216.2　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：1000-1298(2026)17-0346-11　　**OSID**：

Optimization of Parameters for Preparation of Rice Straw Fiber Raw Material by NaOH – Hydrothermal Combined Extrusion

Ai Wenke　Sun Chaoran　Jiang Pin　Sun Songlin　Zhou Jifeng　Hu Zhehan　Gao Chongfeng
(*School of Mechanical and Electrical Engineering*, *Hunan Agricultural University*, *Changsha* 410128, *China*)

Abstract: Aiming to address the low efficiency and severe chemical pollution in conventional crop straw fiber preparation, an NaOH-hydrothermal combined extrusion method was proposed by using rice straw as the raw material. The effects of different NaOH/hydrothermal extrusion treatments on fiber composition, microstructure, chemical characteristics, and material properties were systematically investigated. Solid yield and tensile index were selected as evaluation indicators, and response surface methodology was employed for process optimization. Results showed that sequential alkali followed by hydrothermal treatment (A + HE) facilitated mild fiber deconstruction, with 89.09% of fibers exhibiting a length-to-diameter ratio greater than 10, and the maximum tensile index reached 4.96 N·m/g. In contrast, simultaneous NaOH-hydrothermal treatment (AHE) resulted in the lowest solid yield (35.99%) and a 26.01% reduction in tensile index compared with A + HE. Correlation analysis revealed that tensile index improvement was not governed by a single factor but rather by the synergistic effects of composition, structure, and hydrogen bonding. Response surface analysis confirmed a significant interaction between NaOH concentration and hydrothermal temperature on tensile index. The optimized parameters were determined as 1.43% NaOH concentration and 72.6℃ hydrothermal temperature, under which the tensile index was increased to 5.75 N·m/g with a solid yield of 59.13%. Experimental results were highly consistent with model predictions. Therefore, NaOH-hydrothermal combined extrusion enabled continuous preparation of rice straw fiber raw materials while reducing chemical pollution and energy consumption. The research result can provide fundamental data and process references for high-loading

收稿日期：2026 – 03 – 30　修回日期：2026 – 04 – 11
基金项目：湖南省教育厅科学研究项目（23B0197）和湖南省科技重大专项（2023NK1020）
作者简介：艾文可（1998—），男，博士生，主要从事农作物秸秆高值化利用技术与装备研究，E-mail：awk@stu.hunau.edu.cn
通信作者：高崇风（1992—），男，讲师，博士，主要从事农作物秸秆高值化利用技术与装备研究，E-mail：gordongaocf@163.com

and continuous production of crop straw fiber raw materials.

Key words: rice straw; NaOH treatment; fiber raw material; hydrothermal; extrusion; process optimization

0　引言

水稻秸秆是我国典型的农业废弃物之一，年产量超过 2×10^8 t，具有资源量大、分布广泛和可再生性强等特点[1]。但在稻秸细胞壁中，纤维素链通过分子内及分子间氢键聚集形成纤维素微纤维作为细胞壁的“骨架”，并与半纤维素和木质素结合形成复杂且致密的三维网络结构[2]。这种结构使得稻秸难以被直接利用，从而常被低值化处理或直接焚烧，不仅造成资源浪费，还带来严重的大气污染和碳排放压力[3]。以农作物秸秆为原料制备的绿色纤维材料是一类清洁无污染、可完全降解的新型材料，对于推动绿色制造和循环经济发展具有重要意义[4]。绿色纤维材料的制备通常依赖于纤维间物理纠缠及氢键、范德华力等分子间作用力的协同效应，这使得预处理过程需要在克服细胞壁生物抗性条件下，实现高长径比纤维的温和解构[5]。

双螺杆挤压作为一种连续化、高固载加工的物理预处理方法，通过两根螺杆在同向旋转时产生的切向挤压和揉捏作用，破坏秸秆细胞壁的致密结构，提高纤维素纤维的分离和帚化程度，从而改善所得纤维材料的力学性能[6]。Evon 等[7]对稻秸进行挤压处理后，所得纤维的平均长径比显著提高，改善了纤维材料的机械性能。Banvillet 等[8]对漂白桉木木浆进行 4 次挤压处理，发现挤出处理后的样品中细小纤维（长度小于 200 μm）的含量显著增加。然而，单一挤压处理难以突破秸秆细胞壁组分交联和氢键结构形成的天然生物抗性，导致分离的纤维化和帚化程度不足，造成纤维间结合力低而引起纤维材料力学性能差等问题[9]。

水热是一种绿色、经济的预处理技术，具有操作简单、适应性广等特点[10]。水热处理利用高温高压条件下生物质原料发生自水解以及高温蒸汽的渗透作用，削弱细胞壁的化学屏障及纤维氢键结构[11]。但由于木质素的热稳定性高于纤维素，使得水热在保留纤维原有结构的条件下难以对木质素进行有效去除，导致水热结合挤压处理分离的纤维通常呈不规则块状，不利于纤维材料的制备[12]。NaOH 处理能够破坏木质素与半纤维素之间的部分酯键和醚键交联，从而削弱细胞壁的生物抗性，促进半纤维素溶解和木质素的部分去除[13]。将 NaOH 与水热结合，能够在降低能耗和试剂用量的同时破坏纤维组分间的化学交联与氢键结构，有助于提高纤维后续的机械精炼效果[14]。然而，目前 NaOH 结合水热处理的研究多集中于生物燃料（尤其是生物乙醇）和可发酵糖的制备，较少研究报道其在温和条件下协同挤压处理对纤维原料进行连续化制备及相关应用，其对农作物秸秆纤维温和解构的作用机理及工艺参数仍需进一步探究。

因此，本文以水稻秸秆为对象，系统比较不同 NaOH/水热结合挤压处理对稻秸纤维组成成分、微观形貌、化学结构及材料性能的影响，阐明 NaOH 结合水热处理在挤压分离稻秸纤维过程的作用机制，并进一步利用响应面分析法建立材料抗张指数与固体得率随 NaOH 质量分数和水热温度变化的二次回归模型，优化 NaOH－水热结合挤压处理制备稻秸纤维原料的最佳工艺参数，以期为秸秆类纤维原料的连续化制备及其利用提供理论依据与数据参考。

1　材料与方法

1.1　材料与设备

试验材料：水稻秸秆（切割成段状并在 65℃ 条件下烘干至质量恒定，记为 CK）；氢氧化钠（NaOH）、乙二胺四乙酸二钠、十水合四硼酸钠、十二烷基硫酸钠、乙二醇乙醚、无水磷酸氢二钠、浓硫酸、十六烷三甲基溴化铵，以上试剂均为分析纯，购自上海麦克林生化科技股份有限公司。

试验设备：采用 D_{20} 型同向捏合双螺杆挤出机（湖南农业大学机电工程学院自制）对稻秸纤维进行挤压处理，挤出机整机结构如图 1 所示。磁力搅拌高压反应釜（上海力辰仪器科技有限公司）；水浴恒温振荡器（上海析牛莱伯仪器有限公司）；DCP－DGG－9070AD 型电热恒温鼓风干燥箱（上海森信实验仪器有限公司）；JA5003N 型电子天平（精度 0.001 g，上海菁海仪器有限公司）。

1.2　试验设计

1.2.1　不同 NaOH/水热预处理

为探究不同 NaOH/水热处理对稻秸纤维理化性质的影响，设计了 5 种预处理方式。所有试验组均以段状稻秸为原料，按料液比 15 mL/g 配制反应体系。具体操作如下：水热处理（H）在 150℃ 下进行 1 h；NaOH 处理（A）在 3% NaOH 溶液中，于（25±2）℃ 下浸泡 1 h；水热后 NaOH 处理（H＋A）为先进行水热处理（150℃，1 h），随后在 3% NaOH

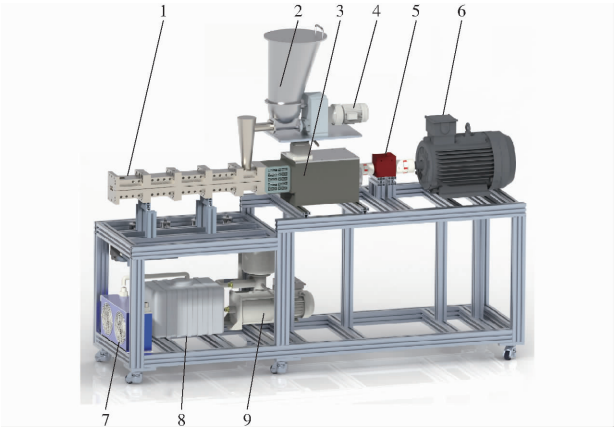

图 1 双螺杆挤出机结构图

Fig. 1 Twin-screw extruder

1. 挤出机筒 2. 喂料装置 3. 减速箱 4. 喂料电机 5. 扭矩传感器 6. 主电机 7. 冷却风箱 8. 水箱 9. 循环水泵

溶液中于(25 ± 2)℃下浸泡 1 h;NaOH 后水热处理(A + H)为先在 3% NaOH 溶液中于(25 ± 2)℃下浸泡 1 h,再进行水热处理(150℃,1 h);NaOH -水热协同处理(AH)则是在 3% NaOH 溶液中,于 150℃下进行水热协同处理 1 h。用大量去离子水将处理后的样品冲洗至中性,然后经真空抽滤去除表面游离水分。

1.2.2 双螺杆挤压处理

为确保所有挤压条件保持一致,采用随机取样法及烘干法对样品含水率进行测定,并通过手动挤压及补加去离子水的方式调节样品含水率[15]。在前期试验的基础上,所有挤出试验均在室温(25 ± 2)℃条件下进行,螺杆转速为 90 r/min,挤出时间为 10 min,含水率为 75%,样品干质量为 8 g。不同 NaOH/水热结合挤压处理得到稻秸纤维样品分别记为 HE、AE、H + AE、A + HE 和 AHE。

1.2.3 稻秸纤维材料的制备

将不同 NaOH/水热结合挤压处理后的稻秸纤维样品均匀分散于去离子水中,并使用高速搅拌分散器(上海析牛莱伯仪器有限公司)在 6 000 r/min 条件下搅拌 1 min,以获得均匀分散的纤维悬浮液。随后用移液器抽取固定体积的纤维悬浮液,置于 0.1 MPa 真空条件下进行抽滤,初步得到纤维湿片。将纤维湿片在 25℃、相对湿度 50% 条件下处理 48 h,作为后续材料力学性能测试的样品。

1.3 稻秸纤维原料制备工艺参数优化

1.3.1 单因素试验

在 1.2 节试验基础上,尽管 A + HE 表现出最高的材料抗张指数,但考虑到 NaOH 与水热的协同作用对稻秸细胞壁解聚效率更高,为了简化工艺流程、降低能耗并提升工业连续化应用的可行性,选择 NaOH -水热同步处理作为优化对象,并以抗张指数和固体得率为评价指标,重点考察 NaOH 质量分数和水热温度对稻秸纤维解构的影响。选取 50、100、150℃这 3 个温度作为水热温度,并采取不同的 NaOH 质量分数(0、1%、3%、5%、7%、9%)进行对比。在 150℃条件下,低 NaOH 质量分数处理对材料性能影响显著,抗张指数在低 NaOH 质量分数区间出现峰值。为更准确揭示该区间的变化规律,补充了低质量分数梯度(0.2%、0.4%、0.6%、0.8%)试验。所有挤出条件与 1.2.2 节保持一致。

1.3.2 响应面优化试验

在实际应用中,优先考虑使用低试剂浓度和低能耗的预处理工艺,并获得较高的材料性能及资源利用率。为系统研究 NaOH 质量分数与水热温度对该工艺的影响规律与交互作用,在 1.3.1 节试验结果基础上,以稻秸抗张指数和固体得率为响应指标,采用响应面分析法(Response surface methodology, RSM),并依据中心复合试验设计(Central composite design, CCD)原理进行试验设计,如表 1 所示。

表 1 响应面因素编码

Tab. 1 Response surface factors codes

编码	因素	
	NaOH 质量分数 x_1/%	水热温度 x_2/℃
-1.414	0.60	50.0
-1	1.54	64.6
0	3.80	100.0
1	6.06	135.4
1.414	7.00	150.0

1.4 表征方法

1.4.1 水稻秸秆化学组分分析

不同处理条件下的稻秸化学组分含量根据范式洗涤法进行测量,每个样品组分重复测量 3 次[16]。

1.4.2 扫描电镜(SEM)观察

为获取样品的微观形貌信息并开展尺寸结构的定量分析,采用 TESCAN CLARA 型场发射扫描电镜(泰思肯有限公司,捷克)对稻秸纤维样品进行形貌观察,并利用 Image J 软件(1.8.0)对纤维样品的长径比进行统计。样品制备分为两种方式:首先,将纤维悬浮液质量分数稀释至 0.05%,经冷冻干燥后用于观察纤维的整体形貌与表面结构;其次,将纤维悬浮液质量分数稀释至 0.001%,滴加于碳基胶带上并在室温下自然干燥 48 h,以获得分散良好的单根纤维样品,用于测定纤维长度和直径,并计算长径比。所有样品在真空条件下以 20 mA 电流进行金溅射 2 min,再进行显微观察与成像。

1.4.3 X 射线衍射分析

采用 Panalytical AERIS X 型 X 射线衍射仪(马

尔文帕纳科公司,英国)对稻秸样品进行晶体结构分析。测试条件为 Cu Kα 辐射(波长 λ=0.154 18 nm),管电压 40 kV,管电流 30 mA,步长 0.02°,扫描范围 5°~40°。所得衍射数据使用 Maud 软件(version 2.99993)基于 Rietveld 精修算法进行处理。基于精修后的数据,采用 Segal 方法[17]计算结晶度(CrI),并根据 Scherrer 方程[18]估算垂直于 200 晶面方向的晶粒尺寸

$$D=\frac{K\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{1}$$

式中　D——垂直于 200 晶面的晶粒尺寸,nm

β——200 衍射峰的半高宽,rad

θ——衍射角的 1/2,(°)

K——Scherrer 常数,取 0.9

1.4.4　红外光谱分析

采用 Nicolet iS50 型傅里叶变换红外光谱仪(赛默飞世尔科技公司,美国)在 500~4 000 cm^{-1} 范围内对不同稻秸样品进行红外光谱测试。为进一步分析氢键结构,利用 Omnic 软件(v8.2.0.387)对 3 000~3 800 cm^{-1} 区间的红外光谱进行二阶导数处理。然后使用 PeakFit 光谱解析软件(v4.12)结合高斯函数对该区间光谱进行去卷积拟合,所得拟合结果的决定系数 R^2 均大于 0.99[19]。

1.4.5　稻秸纤维材料力学性能测试

利用万能材料试验机(深圳三思试验设备有限公司)对稻秸秆纤维材料的力学性能进行测定。根据 GB/T 12914—2018《纸和纸板 抗张强度的测定 恒速拉伸法(20 mm/min)》,以抗张指数作为评价指标,将不同处理得到的稻秸纤维复合材料制备成 30 mm 长、15 mm 宽的长条状。测试过程中,加载速度设定为 20 mm/min,传感器量程为 1 kN,每组样品均进行 3 次平行测试。抗张指数公式为

$$I=\frac{1\,000F_{max}}{bw} \tag{2}$$

式中　I——抗张指数,N·m/g

F_{max}——试样断裂时的最大载荷,N

b——试样宽度,mm

w——试样定量,g/m^2

2　结果与分析

2.1　不同 NaOH/水热处理对稻秸纤维解构及材料性能的影响

2.1.1　化学组分分析

不同 NaOH/水热结合挤压处理对稻秸组成成分及固体得率的影响如图 2 和表 2 所示。结果表明,不同 NaOH/水热处理方式对稻秸组成成分及固体得率具有重要影响。与 CK 相比,HE 处理使半纤维素质量分数降低 18.82%,且半纤维素的固体得率仅为 52.85%,而纤维素和木质素固体得率均在 80%以上,表明半纤维素在高温水热条件下稳定性较差,而纤维素和木质素的热稳定性更高。经 NaOH 处理后,AE 的木质素质量分数明显降低,导致纤维素和半纤维素的相对含量较 CK 有所上升。

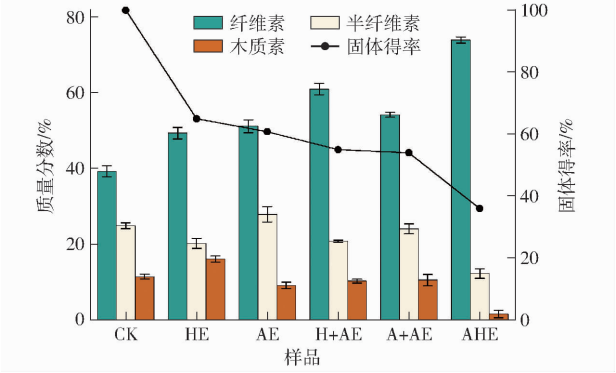

图 2　不同 NaOH/水热条件下稻秸的木质纤维组分含量

Fig. 2　Lignocellulosic composition of rice straw under different NaOH/hydrothermal conditions

表 2　不同 NaOH/水热处理下组分固体得率

Tab. 2　Variations in solid yield of components under different NaOH/hydrothermal treatments　%

样品	组分		
	纤维素	半纤维素	木质素
HE	81.90±2.51	52.85±3.51	91.30±4.64
AE	79.22±2.66	68.13±4.96	48.47±4.44
H+AE	86.12±2.09	46.41±0.60	49.60±2.55
A+HE	75.34±0.97	52.78±2.86	50.10±7.05
AHE	67.77±0.76	17.75±1.81	4.96±3.10

与 HE 相比,H+AE 中的半纤维素和木质素质量分数进一步下降,而纤维素固体得率增加 4.22 个百分点,这可能是由于碳水化合物在水热处理过程中缩合生成假木质素,沉积在纤维素表面阻断结合位点,导致组分分析测量所得纤维素固体得率偏低,而 H+AE 组中 NaOH 处理去除了大量木质素以及部分半纤维素,导致假木质素在纤维组分去除过程中得到释放,削弱了对纤维固体得率测量的影响[20]。A+HE 较 AE 的纤维素和半纤维素固体得率分别下降了 3.88、15.35 个百分点,而木质素固体得率变化较小,这与木质素复杂的苯丙烷基结构及其较高热稳定性有关,使其在水热条件下更难水解。A+HE 中纤维素固体得率较 H+AE 降低了 10.78 个百分点,这表明 NaOH 预处理去除了部分木质素,使纤维结构发生松动,后续水热处理通过破坏纤维素分子间氢键及高温水的软化膨胀作用,进一步促进了纤维素的分离。而在 H+AE 中,水热处理先作

用于完整的木质纤维结构,水分子渗透受限,氢键破坏和纤维膨胀作用不明显,导致后续碱处理对纤维素的分离效果相对减弱。AHE 中大部分的半纤维素和木质素被去除后,固体得率达到最低(35.99%),且纤维素固体得率也下降至 67.77%,说明 NaOH-水热同步处理对纤维组分破坏更加明显,有助于纤维素的分离,这与高崇风等[21]结论一致。

2.1.2 扫描电镜分析

图 3、4 分别展示了不同 NaOH/水热结合挤压处理条件下稻秸纤维的微观形貌及长径比分布。HE 组中观察到较多颗粒状及短纤维状结构,长径比在 0~20 之间的纤维占比高达 88.57%,说明水热虽能去除大部分半纤维素,但仍难以克服细胞壁的生物抗性,导致经挤压处理后的低长径比纤维比例较高[22]。AE 组出现较多高长径比的纤维,长径比大于 20 的纤维占比较 HE 组提升了 93.01%,表明 NaOH 去除木质素后更有利于挤压对高长径比纤维的定向解构。与单独水热处理和 NaOH 处理相比,A+HE 和 H+AE 样品的表面出现较多分散的纳米尺度的微纤化纤维丝,说明 NaOH 结合水热处理进一步破坏了纤维素微纤维间的氢键与交联结构,促进微纤维在挤压的作用下发生分离。H+AE 长径比大于 10 的纤维比例为 65.32%,而A+HE 的比例为 89.09%,表明 A+HE 较 H+AE 处理更容易促进高长径比纤维的分离,这可能是由于在水热过程中木质素出现了再分布,假木质素的再生对半纤维素去除后的纤维素包裹更加充分,使挤压对纤维结构的解构效果更趋于无序。AHE 中则同时观察到大量高长径比纤维及碎片化的纤维颗粒,其在 0~20 长径比范围内的纤维比例为 85.22%,说明在同时去除大量半纤维素和木质素条件下,纤维在挤压过程中难以保持结构的均一性,纤维分离呈现出较强的无序性和不稳定性。

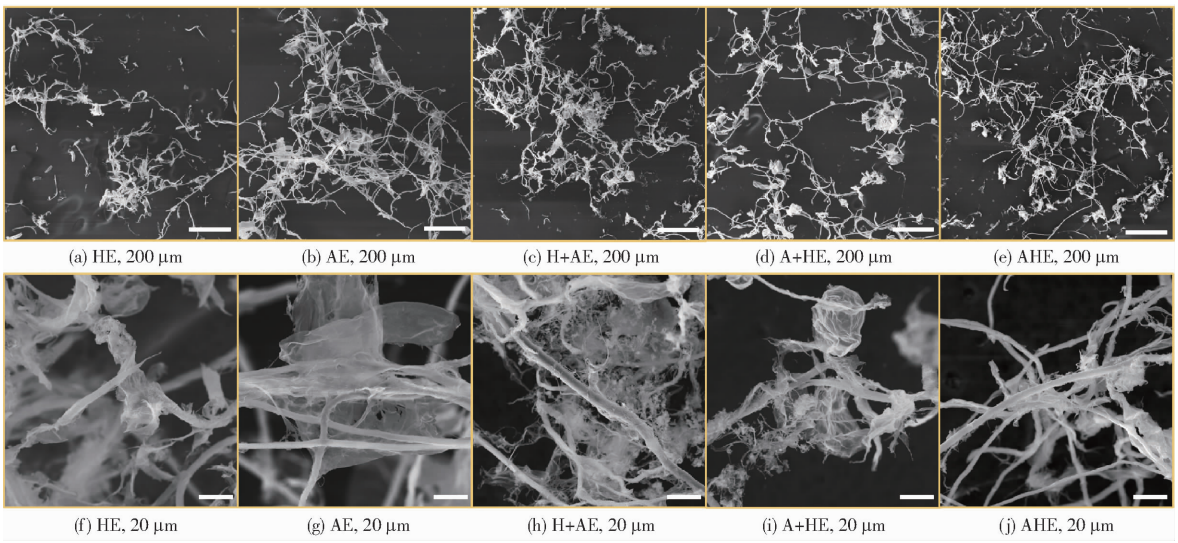

图 3 不同 NaOH/水热结合挤压处理的稻秸纤维微观形貌

Fig. 3 Microstructure of rice straw fibers under different NaOH/hydrothermal extrusion treatments

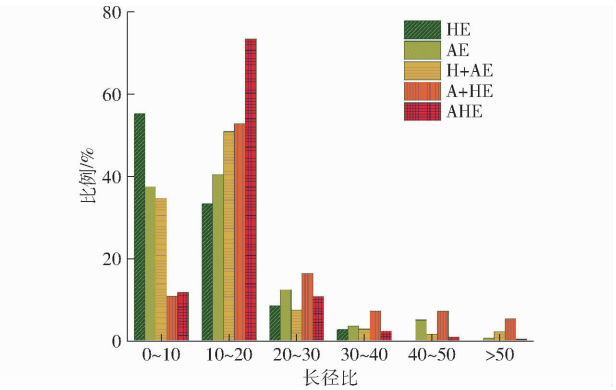

图 4 不同 NaOH/水热结合挤压处理的稻秸纤维长径比分布

Fig. 4 Aspect ratio distribution of rice straw fibers under different NaOH/hydrothermal extrusion treatments

2.1.3 结晶度分析

为探究不同 NaOH/水热结合挤压处理对稻秸纤维晶体结构的影响,采用 Rietveld 方法对稻秸样品的 XRD 图谱进行分析,如图 5 所示,结晶度与晶粒尺寸定量分析结果如表 3 所示。结果表明,不同处理条件下稻秸纤维素样品均未发生晶型转变,保留了纤维素有序的Ⅰ型晶体结构。由于 NaOH 处理较水热处理去除了更多的非晶组分,样品 AE 较 HE 的结晶度更高;此外,无定形组分的去除降低了纤维素分子链的空间位阻效应,促进了分子链的有序重排和结晶区扩展[19],使样品 AE 的晶粒尺寸较 CK 增加 0.21 nm。相比单一水热或 NaOH 处理,NaOH 结合水热处理对样品结晶度和晶粒尺寸的提升更为

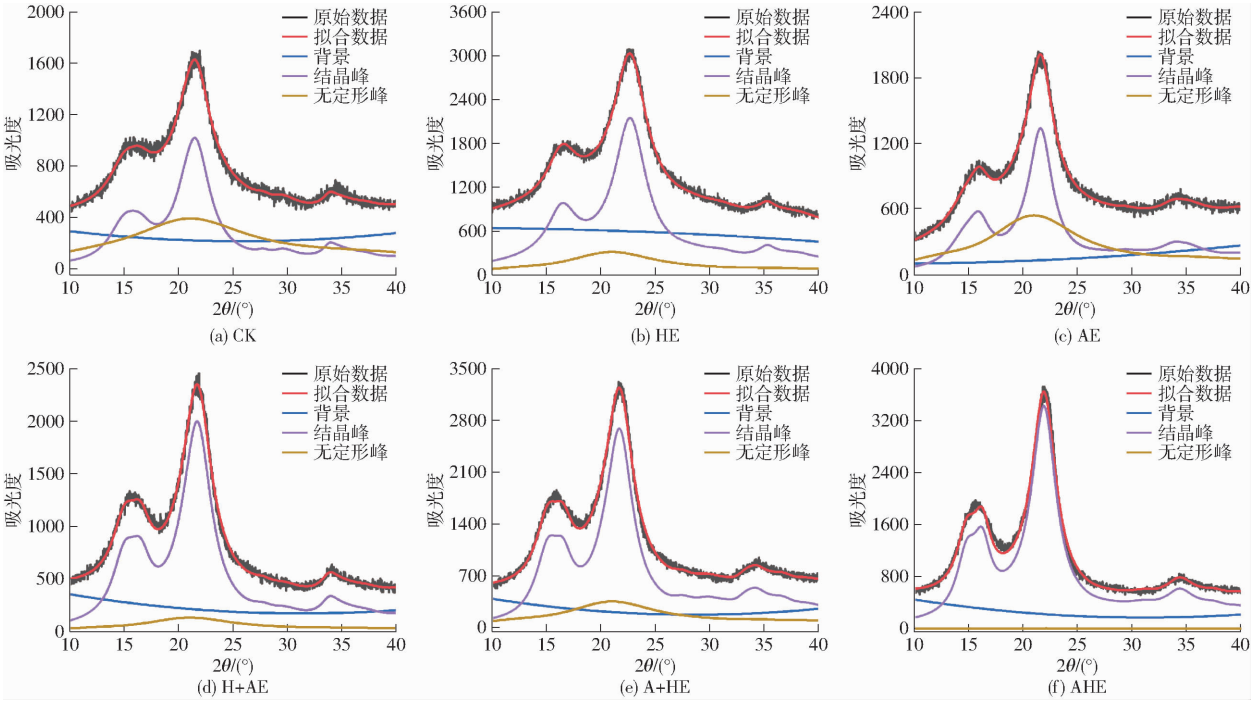

图 5　不同 NaOH/水热条件下稻秸样品的 XRD 图谱 Rietveld 精修结果

Fig. 5　Rietveld refinement of rice straw XRD patterns under NaOH/hydrothermal treatments

表 3　不同 NaOH/水热条件下稻秸样品结晶度及晶粒尺寸

Tab. 3　Crystallinity and crystallite size of rice straw samples under different NaOH/hydrothermal conditions

样品	结晶度/%	晶粒尺寸/nm
CK	53.78	1.82
HE	60.75	1.95
AE	61.95	2.03
H + AE	69.10	2.48
A + HE	64.93	2.37
AHE	73.43	3.02

明显，H + AE 的结晶度较 HE 增加了 8.35 个百分点，晶粒尺寸增加了 0.53 nm；A + HE 的结晶度较 AE 增加了 2.98 个百分点，晶粒尺寸增加了 0.34 nm。其中，H + AE 的水热处理促进了半纤维素的去除，并使部分木质素在水热过程中迁移并覆盖在纤维表面，降低了后续 NaOH 对晶区氢键网络的破坏，使结晶度和晶粒尺寸的提升更为明显；而 A + HE 组中，NaOH 处理在前期引起纤维素结构溶胀并削弱了晶区氢键的稳定性，后续水热处理进一步扰动晶体结构，从而限制了挤压过程中晶粒尺寸的提升。NaOH-水热同步处理展现出更强的协同效应，NaOH 与高温水热同时作用，不仅去除了绝大部分半纤维素和木质素以及部分无定形纤维素，还促进了纤维素链的重排与晶粒尺寸增加，使 AHE 的结晶度和晶粒尺寸分别提高至 73.43% 和 3.02 nm。

2.1.4　红外光谱及氢键结构分析

图 6a 展示了不同 NaOH/水热处理条件下稻秸样品的 FTIR 光谱。所有样品在 3 330 cm^{-1}（O—H 伸缩）、2 900 cm^{-1}（C—H 伸缩）和 1 030 cm^{-1}（C—O 伸缩）处均出现了典型的多糖类特征峰，与纤维素结构密切相关[23]。1 510 cm^{-1} 和 1 600 cm^{-1} 处的特征峰与木质素芳香环中 C ═ C 伸缩有关，1 600 cm^{-1} 处的吸收峰还与样品中吸附的水分子有关；在 900 ~ 700 cm^{-1} 的变旋糖异构体区域观察到的较小峰，这与单糖之间的 β-糖苷键（C_1—O—C_4）的存在有关。470 cm^{-1} 和 782 cm^{-1} 处的特征峰与 Si—O—Si 伸缩有关[24]。

为定量评估不同预处理条件下稻秸纤维素氢键网络结构演变的规律，对各样品的 FTIR 图谱进行反褶积拟合分析，如图 6b ~ 6f 所示，进一步计算得到不同氢键衍射峰面积占比，如表 4 所示。3 000 ~ 3 800 cm^{-1} 区域的宽吸收带主要反映强结合水、链间氢键（$O_6H\cdots O_3$）、链内氢键（$O_3H\cdots O_5$、$O_2H\cdots O_6$）及游离羟基的伸缩振动特征。相较于单一的水热处理（HE），H + AE 样品的链间氢键 $O_6H\cdots O_3$ 和链内氢键 $O_2H\cdots O_6$ 相对占比上升，而维持葡萄糖基环刚性的链内氢键 $O_3H\cdots O_5$ 相对含量降低至 12.43%，这表明水热预处理打开部分致密网络后，NaOH 处理促进了纤维素分子链发生空间重排，促进了链间氢键的增加，这一变化有利于提高纤维材料性能[25]。链间氢键（$O_6H\cdots O_3$）的键能通常高于链内氢键（$O_3H\cdots O_5$、$O_2H\cdots O_6$），这意味着链间氢键在维持纤维素晶格稳定性中作用更强。

相较于单一的 NaOH 处理，A + HE 组强结合水

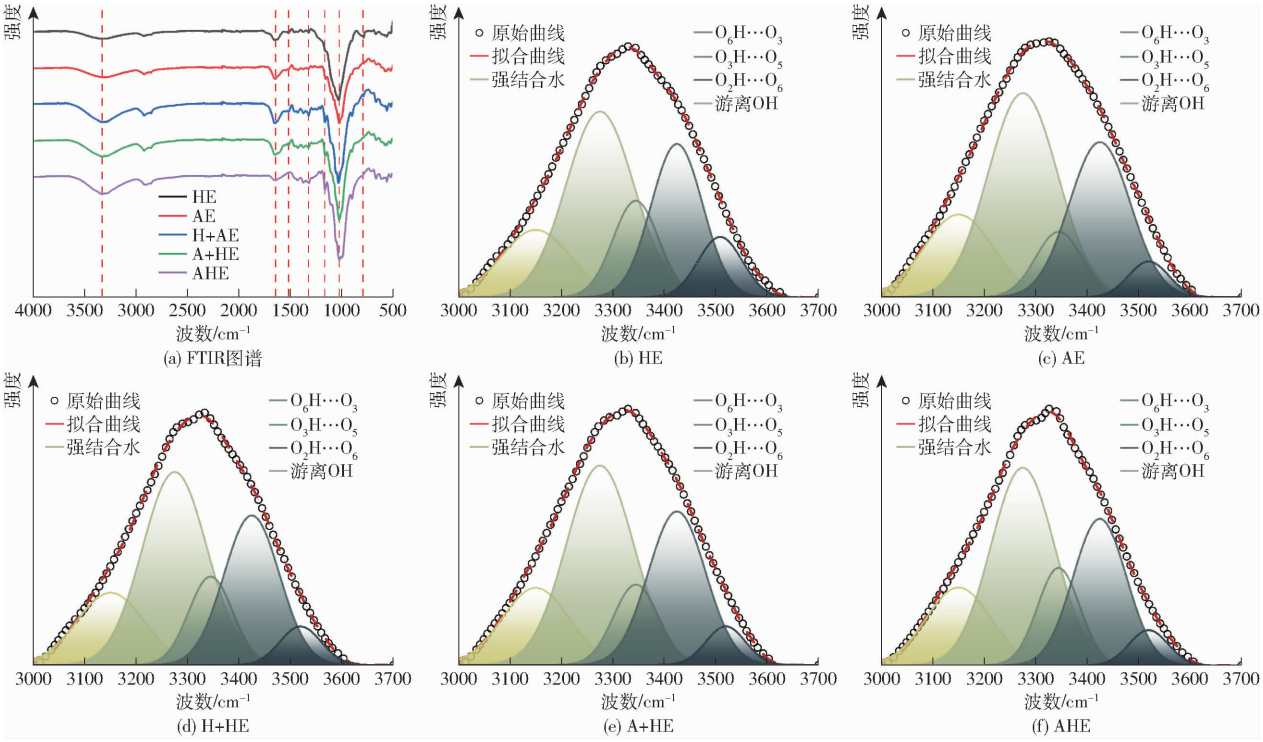

图 6 不同处理条件下稻秸红外光谱及分峰拟合结果

Fig. 6 FTIR spectra of rice straw under different treatments and peak-fitting result

表 4 不同 NaOH 水热处理条件下稻秸中强结合水、氢键和游离 OH 的相对含量

Tab. 4 Relative contents of bound water, hydrogen bonds, and free OH in rice straw under different NaOH/hydrothermal treatments %

样品	强结合水	$O_6H\cdots O_3$	$O_3H\cdots O_5$	$O_2H\cdots O_6$	游离 OH
HE	14.38	38.86	13.56	24.28	8.94
AE	16.82	41.90	8.96	27.89	4.44
H + AE	15.67	40.02	12.43	26.58	5.31
A + HE	15.85	41.26	11.00	26.95	4.94
AHE	16.21	40.60	13.27	25.17	4.76

含量和 $O_6H\cdots O_3$ 占比降低，而游离羟基与 $O_3H\cdots O_5$ 占比上升，这表明在 NaOH 剥离外层无定形组分后，高温水热处理会进一步破坏纤维链间氢键，促使纤维束在机械剪切作用下更易从纵向发生解构，进而得到更多高长径比纤维。AHE 组强结合水和 $O_3H\cdots O_5$ 占比较 H + AE 和 A + HE 更高，这可能是由于同步处理去除了大部分半纤维素和木质素，降低了纤维间空间位阻效应，提高了纤维间流动性，导致挤压过程中纤维链间氢键更易被破坏[26]。同时，失去柔性基质保护的非结晶区在后续机械作用下更易被破坏，使得纤维链间氢键 $O_3H\cdots O_5$ 比例相对上升，且纤维的无序破碎暴露出了更多的纤维表面与活性位点，使其更容易与水分结合，引起强结合水含量的上升。

2.1.5 力学性能分析

不同 NaOH/水热结合挤压处理对稻秸纤维材料性能的影响如图 7 所示。受制于天然植物细胞壁复杂的组分及结构特性，直接经挤压处理得到的样品（CKE）自粘结性能较差，难以直接成型。HE 的抗张指数仅为 0.37 N·m/g，这表明水热处理虽能促进半纤维素降解并软化纤维素无定形区，但仍难以破坏残余木质素对纤维素骨架的包裹。残留木质素与纤维素之间的化学交联作用仍阻碍了挤压过程中高长径比纤维的定向解离，导致纤维间的自粘结性能提升有限。相较之下，NaOH 处理通过破坏木质素中的酚醚键（如 β—O—4 键）和酯键，去除了大部分木质素，使 AE 的抗张指数提升至 4.38 N·m/g，明显高于 HE。这表明木质素的去除更有利于挤压过程纤维的定向解构。

H + AE 的抗张指数虽高于 HE，但较 AE 降低了 22.72%，这可能是由于高温水热过程促使降解的碳水化合物和游离木质素发生缩合，形成了“假木质素”，削弱了后续 NaOH 对稻秸样品的渗透与组分破坏效果，阻碍了挤压过程高长径比纤维的分离。半纤维素在材料成型过程中通过毛吸引力与纤维表面形成界面互锁结构，提升材料自粘结强度。然而，样品 A + HE 的半纤维素质量分数及固体得率较 AE 分别降低了 13.66% 和 22.53%，但其抗张指数较 AE 提升了 13.20%。这一现象表明，水热处理虽削弱了半纤维素的界面增强作

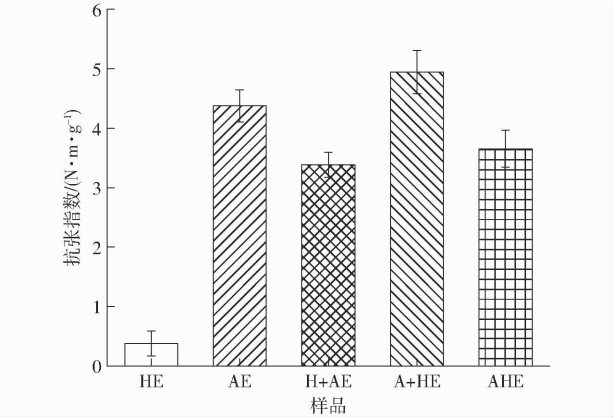

图 7　不同 NaOH/水热处理对稻秸纤维材料抗张指数的影响

Fig. 7　Tensile index of rice straw fibers under NaOH/hydrothermal treatments

用，但削弱了纤维间的空间位阻效应，破坏了纤维间氢键结构，促进了挤压过程高长径比纤维的分离，这与长径比及氢键分析结果一致。AHE 的抗张指数为 3.67 N·m/g，高于 HE 和 H + AE 组，但低于 AE 和 A + H 组，这是由于大部分半纤维素和木质素被去除后，挤压过程的机械力直接作用于纤维结构，在缺乏缓冲和润滑条件下，纤维更易发生无序断裂，形成大量碎片化纤维和颗粒，导致整体性能提升受限。

2.1.6　相关性分析

为进一步揭示不同 NaOH/水热结合挤压处理条件下稻秸木质纤维组分、高长径比纤维比例、结晶度、晶粒尺寸、氢键类型与抗张指数之间的相关关系，进行相关性热力图分析，如图 8 所示。结果表明，材料抗张指数与木质素质量分数呈中等程度的负相关（0.4 < |r| < 0.6），这表明木质素的去除有利于打破细胞壁的抗降解屏障，进而提高挤压对纤维的机械解聚效果。同时，抗张指数与高长径比纤维比例呈强正相关关系（0.6 < |r| < 0.8），说明在纤维解构过程中提高高长径比纤维比例有利于材料力学性能的增加。高长径比纤维不仅能提供优异的骨架支撑，还能在纤维基质间形成更致密的物理纠缠网络。此外，结晶度和晶粒尺寸分别与抗张指数呈强正相关（0.6 < |r| < 0.8）和中等程度正相关（0.4 < |r| < 0.6），说明具有高度有序排列的结晶区同样有利于提高材料的力学性能。

氢键网络的演变常被用于阐释纤维材料性能增强的内在机理[27]。抗张指数与游离 OH 相对含量之间存在显著的极强负相关关系（0.8 < |r| < 1，p < 0.05），与 $O_3H\cdots O_5$ 相对含量呈强负相关（0.6 < |r| < 0.8），而与 $O_6H\cdots O_3$ 相对含量与 $O_2H\cdots O_6$ 相对含量之间无明显相关性。这一现象表明，纤维材料宏观力学性能的提升并非直接依赖于某几种特定氢键的绝对增加。Wohlert 等[25]认为，尽管氢键常被用于解释纤维素基材料的各种物理性质，但它仅是复杂分子间相互作用的一种，其决定性作用有时会被高估。尽管 $O_6H\cdots O_3$ 相对含量与抗张指数无显著相关关系，但其与半纤维素含量之间呈现出显著的极强正相关关系（0.8 < |r| < 1，p < 0.05）；同时，链内氢键 $O_2H\cdots O_6$ 相对含量也与半纤维素质量分数呈现极强正相关（0.8 < |r| < 1，p < 0.05）。

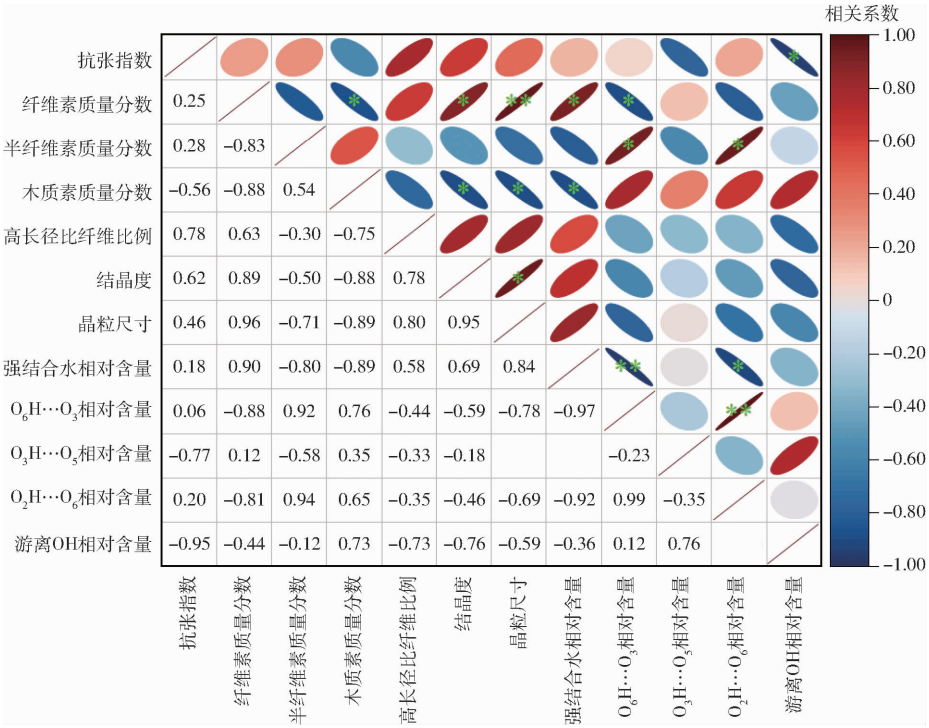

图 8　木质纤维组分、结晶度及氢键类型与抗张指数的相关性热力图

Fig. 8　Correlation heatmap of lignocellulosic components, crystallinity, hydrogen bond types, and tensile index

在课题组前期研究中发现,半纤维素作为一种无定形基质,能够为挤压过程提供缓冲和润滑作用,有助于实现纤维温和解构并降低挤出能耗[28]。此外,半纤维素填充在相互纠缠的纤维内部,不仅增加了材料的密实度,还在毛细引力作用下与纤维表面发生微纳米尺度的界面互锁,从而提升材料力学性能。半纤维素作为无定形多聚糖,含有丰富的亲水侧链,能够有效覆盖在纤维素微纤丝表面,促进并诱导复杂链间及链内氢键网络的形成,增加 $O_6H\cdots O_3$ 和 $O_2H\cdots O_6$ 的相对含量[29]。此外,在不同 NaOH/水热结合挤压处理条件下,稻秸的化学组分与材料抗张指数均发生了明显变化,这表明通过调节稻秸纤维组分有利于改善挤压对纤维的精炼效果。然而,纤维素、半纤维素和木质素的质量分数与抗张指数之间均无显著相关关系($p \geqslant 0.05$),这表明稻秸纤维材料力学性能的提升并非单纯依赖于单一组分的保留,而是组分、结构和氢键等多重效应协同作用结果。因此,需要进一步对不同 NaOH/水热结合挤压制备稻秸纤维原料的工艺参数进行响应面参数寻优。

2.2 稻秸纤维原料制备工艺参数优化试验与结果

2.2.1 单因素试验

图 9 展示了不同 NaOH 质量分数(0 ~ 9%)及水热温度(50、100、150℃)对稻秸固体得率及材料抗张指数的影响。在所选 NaOH 质量分数范围内,样品在 50、100、150℃条件下的固体得率范围分别为 49.39% ~ 89.20%、39.37% ~ 84.07% 和 26.44% ~65.12%,呈现随温度升高而逐步降低的趋势,这表明提升温度能够促进 NaOH 对半纤维素和木质素的降解,并进一步破坏纤维素原有结构。抗张指数随 NaOH 质量分数增加整体呈现先升高后降低的趋势,且最高抗张指数所对应的 NaOH 质量分数随温度升高而逐渐降低:在 50、100、150℃条件下,分别对应 7%、3%、0.8%,这表明提高水热温度能够在较低 NaOH 质量分数下实现纤维材料性能的提升,但这也导致固体得率下降以及能耗增加。

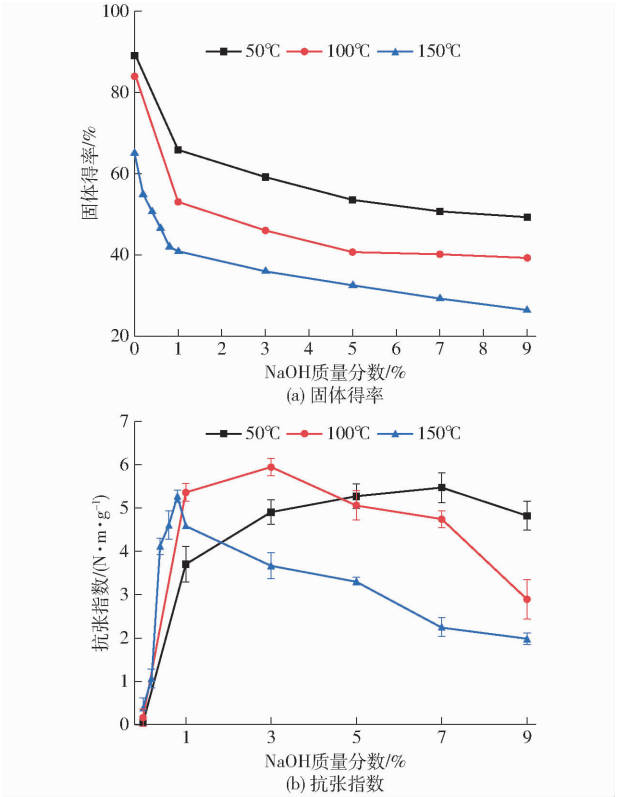

图 9 不同温度条件下 NaOH 质量分数对稻秸固体得率及材料抗张指数的影响

Fig. 9 Effect of NaOH concentration under different temperature conditions on solid yield and tensile index of rice straw

2.2.2 响应面分析

在实际应用中,优先考虑使用常温、低试剂浓度、高材料性能及高固体回收率的秸秆预处理工艺。为综合评价 NaOH 质量分数与水热温度的影响,以抗张指数和固体得率为响应指标,以 NaOH 质量分数与水热温度为自变量,利用响应面分析法(Response surface methodology, RSM)进行研究,得到的响应面试验设计及结果如表 5 所示,表中 X_1、X_2 分别表示 NaOH 质量分数、水热温度编码值(对应的真实值见表 1)。可以看到,在不同条件下材料的固体得率和抗张指数范围分别为 35.7% ~ 61.9% 和 3.68 ~6.82 N·m/g,展现出较大的波动。

表 5 响应面试验结果

Tab. 5 Results of response surface experiments

试验序号	因素		抗张指数 y_1/(N·m·g^{-1})	固体得率 y_2/%
	X_1	X_2		
1	-1.414	0	5.61	55.7
2	0	1.414	3.68	35.7
3	1	1	3.80	34.4
4	1	-1	5.75	51.2
5	-1	-1	5.29	61.9
6	0	0	6.62	44.1
7	1.414	0	4.71	40.5
8	0	-1.414	5.38	55.1
9	-1	1	5.23	41.8
10	0	0	6.58	43.5
11	0	0	6.82	41.2

采用二阶多项式方程对经验模型进行拟合得到回归模型方程

$$y_1 = -3.78 + 1.524\,8x_1 + 0.171\,4x_2 - 0.005\,9x_1x_2 - 0.139\,2x_1^2 - 0.000\,8x_2^2 \quad (3)$$

$$y_2 = 81.805\,8 - 5.615\,7x_1 - 0.227\,5x_2 + 0.451\,4x_2^2 \quad (4)$$

对回归模型进行方差分析如表 6 所示。结果表

明，抗张指数（y_1）与固体得率（y_2）的模型均为极显著（$p<0.01$），且拟合优度与预测能力均较好，说明所得模型准确可靠。其中，x_1、x_2、x_1x_2、x_1^2和x_2^2对y_1的影响均为极显著（$p<0.01$），表明抗张指数受单因素、交互作用及非线性效应的共同调控；而x_1、x_2和x_1^2对y_2的影响为极显著（$p<0.01$），说明固体得率主要受单因素及其非线性效应影响，交互作用的贡献相对较小。

表 6　回归模型方差分析

Tab. 6　ANOVA of regression model

响应量	来源	平方和	自由度	均方	F	p
抗张指数y_1	模型	10.99	5	2.20	89.96	<0.000 1 **
	x_1	0.628 2	1	0.628 2	25.71	0.003 9 **
	x_2	2.45	1	2.45	100.31	0.000 2 **
	x_1x_2	0.890 9	1	0.890 9	36.47	0.001 8 **
	x_1^2	2.87	1	2.87	117.36	0.000 1 **
	x_2^2	5.98	1	5.98	244.83	<0.000 1 **
	残差	0.122 2	5	0.024 4		
	失拟	0.090 5	3	0.030 2	1.90	0.362 8
	误差	0.031 7	2	0.015 8		
	总和	11.11	10			
	$R^2=0.989\,0$；$R^2_{adj}=0.978\,0$；$R^2_{pre}=0.935\,7$；变异系数为 2.89%					
固体得率y_2	模型	745.97	3	248.66	55.40	<0.000 1 **
	x_1	195.56	1	195.56	43.57	0.000 3 **
	x_2	517.39	1	517.39	115.27	<0.000 1 **
	x_1^2	33.02	1	33.02	7.36	0.030 1 *
	残差	31.42	7	4.49		
	失拟	26.64	5	5.33	2.23	0.338 1
	误差	4.78	2	2.39		
	总和	777.39	10			
	$R^2=0.959\,6$；$R^2_{adj}=0.942\,3$；$R^2_{pre}=0.898\,3$；变异系数为 4.61%					

注：* 表示显著差异（$p<0.05$）；** 表示极显著差异（$p<0.01$）。

NaOH 质量分数和水热温度对材料抗张指数及固体得率的交互作用如图 10 所示。可以看到，当 NaOH 质量分数为 0.6% 时，样品的抗张指数随温度的增加呈现增加后降低趋势；当 NaOH 质量分数为 7% 时，样品的抗张指数随温度的增加而逐渐降低。相较之下，样品的固体得率随着 NaOH 质量分数和水热温度的增加均呈现逐渐递减的趋势，这一变化规律与单因素试验结果保持一致。

2.2.3　验证试验

为获得 NaOH-水热结合挤压处理制备稻秸纤维原料的最优工艺参数，在 Design-Export 软件中将 NaOH 质量分数和水热温度的优化目标设置为“minimize”，将抗张指数和固体得率的优化目标设置为“maximize”，寻优求解得到最优参数条件，即 NaOH 质量分数 1.43%、水热温度为 72.6℃。在该组合优化参数下进行 3 次重复碱水热结合挤压试验

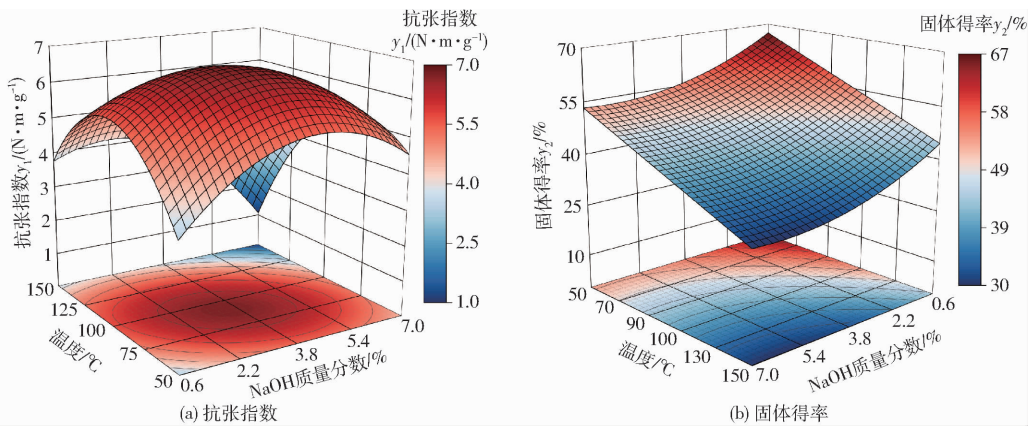

图 10　NaOH 质量分数与水热温度对稻秸纤维抗张指数和固体得率影响的响应面图

Fig. 10　Response surfaces of tensile index and solid yield under NaOH concentration and hydrothermal temperature

得到样品的抗张指数平均值为 5.75 N·m/g,固体得率为 59.13%,与模型预测得到的抗张指数均值 5.61 N·m/g 和固体得率均值58.2% 的相对误差分别为 2.42% 和 1.7%。结果表明,在优化参数下得到的预测结果与实际试验结果相对误差较小,说明所建立的回归模型具有良好的可靠性与适用性,可用于指导稻秸纤维原料的连续化制备。

3 结论

(1)先碱处理后水热处理(A + HE)制备的纤维材料的抗张指数最高,为 4.96 N·m/g。NaOH 去除大部分木质素后,水热进一步破坏了纤维内部氢键结构,促进了挤压过程中的高长径比纤维定向解构。

(2)半纤维素和木质素的去除提高了纤维素的可及性,但削弱了纤维间的润滑与缓冲作用,导致挤压过程中纤维发生无序破碎,短纤维和颗粒比例增加,引起材料力学性能降低。

(3)半纤维素通过促进特定氢键($O_6H\cdots O_3$ 和 $O_2H\cdots O_6$)的增加,并通过与纤维表面形成微纳米尺度界面互锁效应增强材料力学性能。

(4)响应面分析表明,NaOH 质量分数与水热温度对抗张指数和固体得率均具有显著影响。最优工艺参数为:NaOH 质量分数 1.43%、水热温度 72.6℃,在该条件下抗张指数达到 5.75 N·m/g,固体得率为 59.13%,与模型预测高度一致,验证了所建立回归模型的可靠性与适用性。

参 考 文 献

[1] Zhao X, Li R, Liu W, et al. Estimation of crop residue production and its contribution to carbon neutrality in China[J]. Resources, Conservation and Recycling, 2024, 203: 107450.

[2] Li J, Zhang Z, Zhang Y, et al. Fabrication of green agricultural mulch films containing ultra-micro crushed sorghum straw powder[J]. Sustainable Chemistry and Pharmacy, 2024, 39: 101608.

[3] Copenhaver K, Li K, Wang L, et al. Pretreatment of lignocellulosic feedstocks for cellulose nanofibril production[J]. Cellulose, 2022, 29(9): 4835 - 4876.

[4] Jiang C, Wang Q, Wang H, et al. Structurally robust, hydrophobicity and multifunctional black cellulose/lignin-based mulch film for green agriculture[J]. Industrial Crops and Products, 2024,219: 118911.

[5] Guan M, Liu X, Wu M, et al. Preparation, performance and degradation mechanism of a green bamboo fiber mulch by microbial fermentation/low alkali pretreatment[J]. Industrial Crops and Products, 2025,235:121720.

[6] Cavailles J, Vaca-Medina G, Wu-Tiu-Yen J, et al. Impact of thermomechanical pretreatment by twin-screw extrusion on the properties of bio-based materials from sugarcane bagasse obtained by thermocompression[J]. Bioresource Technology, 2024, 414: 131642.

[7] Evon P, Labonne L, Khan S U, et al. Twin-screw extrusion process to produce renewable fiberboards[J]. Journal of Visualized Experiments, 2021,167: 62072.

[8] Banvillet G, Gatt E, Belgacem N, et al. Cellulose fibers deconstruction by twin-screw extrusion with in situ enzymatic hydrolysis via bioextrusion[J]. Bioresource Technology, 2021, 327: 124819.

[9] Yağci S, Sutay Kocabaş D, Çalışkan R, et al. Statistical investigation of the bioprocess conditions of alkali combined twin-screw extrusion pretreatment to enhance fractionation and enzymatic hydrolysis of bulgur bran[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2022, 102(11): 4770 - 4779.

[10] 陈理,马艳芳,张紫嘉,等. 猪粪水热预处理和厌氧消化条件下的典型抗生素降解性能[J]. 农业机械学报,2022,53(增刊 2):260 - 269.
Chen Li, Ma Yanfang, Zhang Zijia, et al. Typical antibiotics degradability of pig manure under hydrothermal pretreatment and anaerobic digestion [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2022, 53(S2): 260 - 269. (in Chinese)

[11] 刘长水,王振,刘玉. 玉米秸秆中半纤维素的水热法-碱法联合提取工艺[J]. 齐鲁工业大学学报(自然科学版),2016, 30(2):17 - 21.
Liu Changshui, Wang Zhen, Liu Yu. Hydrothermal combined with alkaline extracting hemicellulose from corn straw[J]. Journal of Qilu University of Technology, 2016, 30(2):17 - 21. (in Chinese)

[12] Jiao T, Liang F, Fang G, et al. An integrated pretreatment strategy for enhancing enzymatic hydrolysis efficiency of poplar: hydrothermal treatment followed by a twin-screw extrusion[J]. Industrial Crops and Products, 2024, 211: 118169.

[13] Gao C, Yang J, Han L. Systematic comparison for effects of different scale mechanical-NaOH coupling treatments on lignocellulosic components, micromorphology and cellulose crystal structure of wheat straw[J]. Bioresource Technology, 2021, 326: 124786.

[14] Sato A, Soeprijanto S, Widjaja A. Influence of alkaline hydrothermal pretreatment of rice straw on biomass composition[J]. International Energy Journal, 2019, 2(19): 115 - 124.

[15] 王乐,毕思强,邓国栋,等. 基于干燥动力学的烟草含水率快速检测方法[J]. 烟草科技,2022,55(10): 88 - 95.
Wang Le, Bi Siqiang, Deng Guodong, et al. A rapid detection method for moisture content in cured tobacco based on drying kinetics[J]. Tobacco Science & Technology, 2022, 55(10): 88 - 95. (in Chinese)

(下转第 413 页)

2023，50(4)：1－6.
Lu Chuo，Guo Zhenjie，Liu Hongbo，et al. Technical characteristics of foreign brands of tractor above 177 ~ 198 kW and application in the domestic market[J]. Tractor & Farm Transporter，2023，50(4)：1－6.（in Chinese）
[25] EPA Nonregulatory Nonroad Duty Cycles[EB/OL].（2023－10－17）[2026－02－22]. https：//www.epa.gov/moves/epa-nonregulatory-nonroad-duty-cycles.
[26] Kong Y，Xu N，Liu Q，et al. A data-driven energy management method for parallel PHEVs based on action dependent heuristic dynamic programming（ADHDP）model[J]. Energy，2023，265：126306.
[27] 李同辉，谢斌，王东青，等.双电机驱动电动拖拉机实时自适应能量管理策略研究[J]. 农业机械学报，2020，51(增刊2)：530－543.
Li Tonghui，Xie Bin，Wang Dongqing，et al. Real-time adaptive energy management strategy for dual-motor-driven electric tractors[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery，2020，51(S2)：530－543.（in Chinese）
[28] 李银平，刘立，靳添絮，等.基于动态规划的电动拖拉机动力电源能量控制策略研究[J]. 农业机械学报，2020，51(4)：403－410.
Li Yinping，Liu Li，Jin Tianxu，et al. Energy control strategy of electric tractor power supply based on dynamic programming[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery，2020，51(4)：403－410.（in Chinese）

（上接第 356 页）

[16] Kapdi D，Bhavsar N，Rudakiya D. Developing sustainable and energy efficient process to obtain high purity cellulose and its value-added chemicals from rice straw[J]. Bioresource Technology，2024，25：101732.
[17] Segal L，Creely J J，Martin A E，et al. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the x-ray diffractometer[J]. Textile Research Journal，1959，29(10)：786－794.
[18] Scherrer P. Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen[J]. Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen，Mathematisch-Physikalische Klasse，1918，2：98－100.
[19] Zhang S，Lin Q，Wang X，et al. Bamboo cellulose fibers prepared by different drying methods：structure-property relationships[J]. Carbohydrate Polymers，2022，296：119926.
[20] Shinde S D，Meng X，Kumar R，et al. Recent advances in understanding the pseudo-lignin formation in a lignocellulosic biorefinery[J]. Green Chemistry，2018，20(10)：2192－2205.
[21] 高崇风，韩鲁佳. 超微粉碎/NaOH 同步处理麦秸纤维素分离特性研究[J]. 农业机械学报，2024，55(2)：346－352，371.
Gao Chongfeng，Han Lujia. Effect of ultrafine-grinding/NaOH synchronous treatment on the separation of wheat straw cellulose[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery，2024，55(2)：346－352，371.（in Chinese）
[22] Lu H，Zhang L，Yan M，et al. Screw extrusion pretreatment for high-yield lignocellulose nanofibrils（LCNF）production from wood biomass and non-wood biomass[J]. Carbohydrate Polymers，2022，277：118897.
[23] Chen X，Yu J，Zhang Z，et al. Study on structure and thermal stability properties of cellulose fibers from rice straw[J]. Carbohydrate Polymers，2011，85(1)：245－250.
[24] Jiang F，Hsieh Y L. Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures[J]. Carbohydrate Polymers，2013，95(1)：32－40.
[25] Wohlert M，Benselfelt T，Wågberg L，et al. Cellulose and the role of hydrogen bonds：not in charge of everything[J]. Cellulose，2022，29(1)：1－23.
[26] 艾文可，高崇风，蒋蘋，等. NMMO 溶胀-挤压处理对稻秸纤维解构及其材料性能的影响[J]. 农业工程学报，2026，42(5)：330－340.
Ai Wenke，Gao Chongfeng，Jiang Ping，et al. Effects of NMMO swellingextrusion treatment on the structural deconstruction and material properties of rice straw fibers[J]. Transactions of the CSAE，2026，42(5)：330－340.（in Chinese）
[27] Wei J，Long Y，Li T，et al. Exploring hydrogen-bond structures in cellulose during regeneration with anti-solvent through two-dimensional correlation infrared spectroscopy[J]. International Journal of Biological Macromolecules，2024，267：131204.
[28] Ai W，Gao C，Jiang P，et al. Effect of NMMO swelling-extrusion treatment on rice straw microfiber separation under different component conditions[J]. Cellulose，2026，33：2729－2747.
[29] Ding Q，Rao J，Lv Z，et al. Efficient preparation of holocellulose nanofibers and their reinforcement potential[J]. Cellulose，2022，29(15)：8229－8242.