



天津科技大学学报

Journal of Tianjin University of Science & Technology

ISSN 1672-6510, CN 12-1355/N

《天津科技大学学报》网络首发论文

题目：小麦麸皮制备纳米纤维素晶体及其性能分析
作者：张馨予, 王婷, 王叶凡, 郭智华, 刘海棠
DOI: 10.13364/j.issn.1672-6510.20240005
收稿日期: 2024-01-11
网络首发日期: 2024-07-12
引用格式: 张馨予, 王婷, 王叶凡, 郭智华, 刘海棠. 小麦麸皮制备纳米纤维素晶体及其性能分析[J/OL]. 天津科技大学学报.
<https://doi.org/10.13364/j.issn.1672-6510.20240005>



网络首发: 在编辑部工作流程中, 稿件从录用到出版要经历录用定稿、排版定稿、整期汇编定稿等阶段。录用定稿指内容已经确定, 且通过同行评议、主编终审同意刊用的稿件。排版定稿指录用定稿按照期刊特定版式(包括网络呈现版式)排版后的稿件, 可暂不确定出版年、卷、期和页码。整期汇编定稿指出版年、卷、期、页码均已确定的印刷或数字出版的整期汇编稿件。录用定稿网络首发稿件内容必须符合《出版管理条例》和《期刊出版管理规定》的有关规定; 学术研究成果具有创新性、科学性和先进性, 符合编辑部对刊文的录用要求, 不存在学术不端行为及其他侵权行为; 稿件内容应基本符合国家有关书刊编辑、出版的技术标准, 正确使用和统一规范语言文字、符号、数字、外文字母、法定计量单位及地图标注等。为确保录用定稿网络首发的严肃性, 录用定稿一经发布, 不得修改论文题目、作者、机构名称和学术内容, 只可基于编辑规范进行少量文字的修改。

出版确认: 纸质期刊编辑部通过与《中国学术期刊(光盘版)》电子杂志社有限公司签约, 在《中国学术期刊(网络版)》出版传播平台上创办与纸质期刊内容一致的网络版, 以单篇或整期出版形式, 在印刷出版之前刊发论文的录用定稿、排版定稿、整期汇编定稿。因为《中国学术期刊(网络版)》是国家新闻出版广电总局批准的网络连续型出版物(ISSN 2096-4188, CN 11-6037/Z), 所以签约期刊的网络版上网络首发论文视为正式出版。



DOI: 10.13364/j.issn.1672-6510.20240005

小麦麸皮制备纳米纤维素晶体及其性能分析

张馨予¹, 王婷¹, 王叶凡¹, 郭智华¹, 刘海棠^{1,2}

(1.中国轻工业造纸与生物质精炼重点实验室, 天津市制浆造纸重点实验室, 天津科技大学轻工科学与工程学院, 天津 300457; 2.江苏省生物质能源与材料重点实验室, 南京 210042)

摘要: 小麦麸皮是小麦加工过程的副产物, 可作为的纤维素来源。通过硫酸水解从麸皮中制备纳米纤维素晶体(CNC), 并探究了水解温度对 CNC 的形貌、表面电荷、粒径、得率、官能团和热稳定性的影响。结果表明, 在纯化过程中非纤维素成分被大量去除。场发射扫描电子显微镜证实所获得的 CNC 呈现出各种尺寸的棒状和针状形态。CNC 悬浮液的 Zeta 电位值范围为 $-38.8 \sim -34.2$ mV。水解温度为 50 °C 时, CNC 的结晶度达到最高值(72.88%)。随着水解温度的增加, CNC 的粒径减小, 得率和热稳定性降低。此外, 制备的 CNC 悬浮液对大肠杆菌和金黄色葡萄球菌具有一定的抑菌作用。这些结果表明, CNC 在纳米复合材料领域具有巨大的潜力。

关键词: 小麦麸皮; 纤维素; 硫酸水解; 纳米纤维素

中图分类号: TQ353.6; TS210.9

文献标志码: A

文章编号: 1672-6510(2024)00-0000-00

Preparation of Nanocellulose Crystals from Wheat Bran and Analysis of Their Properties

ZHANG Xinyu¹, WANG Ting¹, WANG Yefan¹, GUO Zhihua¹, LIU Haitang^{1,2}

(1. Key Laboratory of Paper and Biomass Refining of China Light Industry, Tianjin Key Laboratory of Pulp and Paper, College of Light Industry Science and Engineering, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China; 2. Jiangsu Key Laboratory of Biomass Energy and Materials, Nanjing 210042, China)

Abstract: Wheat bran is a by-product of wheat processing and can be a source of fiber. In our current study, nanocellulose crystals (CNC) were prepared from bran by sulfuric acid hydrolysis, and the effects of hydrolysis temperature on the morphology, surface charge, particle size, yield, functional groups and thermal stability of CNC were investigated. The results showed that the non-cellulosic components were substantially removed during the purification process. Field emission scanning electron microscopy confirmed that the obtained CNC showed rod-like and needle-like morphologies of various sizes. The zeta potential values of the CNC suspensions ranged from -38.8 to -34.2 mV. The crystallinity of CNC reached its highest value (72.88%) at the hydrolysis temperature of 50 °C. With the increase of hydrolysis temperature, the particle size of CNC decreased, and the yield and thermal stability reduced. Moreover, the prepared CNC suspensions showed some bacteriostatic effects against *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. These results indicate that CNC has great potential in the field of nanocomposites.

Key words: wheat bran; cellulose; sulfuric acid hydrolysis; nanocellulose

随着社会的高速发展, 愈发严峻的环境问题推动了环保材料的研发^[1]。纤维素是地球上最丰富的

天然聚合物之一, 由 β -1,4-糖苷键连接的 β -D-葡萄糖构成纤维素的主要成分^[2]。由于纤维素具有良好

收稿日期: 2024-01-11; 修回日期: 2024-05-14

作者简介: 张馨予(1998—), 女, 山西河曲人, 硕士研究生; 通信作者: 刘海棠, 副教授, liuhaitang@tust.edu.cn

的生物可降解性、生物相容性、可再生性和无毒性，所以可将其作为一种有前景的合成产品替代材料^[3]。纳米纤维素晶体(CNC)，又称纤维素纳米晶须或纳米晶纤维素，多为针状、棒状或球状颗粒^[4]。CNC 最常见的制备工艺是酸水解法，其中纤维素的无定形区域优先水解，而结晶区域由于其固有的结构稳定性而保持完整^[5]。CNC 具有比表面积大、结晶度高和表面活性高、可供改性的羟基、优异的机械性能等特征，使 CNC 在各个领域均具有广阔的应用前景^[6]。

近年来，为了获得具有非溶出性和长期抗菌性能的材料，纤维素化学改性备受研究者关注。纤维素纳米结构中的离子以及离子化纤维素化合物具有内在的抗菌性能。革兰氏阳性(G+)和革兰氏阴性(G-)细菌的细胞壁均带有净负电荷。CNC 可能与细菌细胞膜发生相互作用，破坏细胞膜的完整性，导致细胞质渗漏，最终导致细菌细胞溶解^[7]。目前有关 CNC 悬浮液抑菌能力的文献相对较少。

小麦麸皮是小麦加工工序中的主要副产品，约占谷物质量的 25%，富含丰富的纤维素^[8]。小麦是目前全球种植面积最广泛的粮食作物之一，其加工过程产生的副产物数量庞大。这些副产物主要被用于焚烧或生产低附加值的动物饲料^[9]。有效利用这些农业废弃物不仅可以增加经济回报，还可以在在一定程度上缓解环境问题。现今已有各种农业废弃物作为纤维素的潜在来源用于制备 CNC，如开心果壳^[10]、番茄皮^[11]、小麦秸秆^[12]等。近些年来，也有研究人员尝试从麸皮中提取纳米纤维素^[8, 13-14]，提纯过程中采用淀粉酶水解、次氯酸钠漂白等方法，本研究进一步优化了提纯方法，使最后得到的成品中纤维素含量更高。

本研究以小麦麸皮为原料，经过纯化处理后，利用硫酸水解制备 CNC，研究了水解温度对 CNC 的形貌、粒径、Zeta 电位、得率、官能团和热稳定性的影响。此外，还探究了 CNC 悬浮液对金黄色葡萄球菌及大肠杆菌的抑菌效果。本研究旨在探讨利用这种尚未充分开发的农业废弃物作为 CNC 的低成本来源的可行性。

1 材料与方法

1.1 原料与仪器

实验所用小麦麸皮由安徽品硕商贸公司提供；无水乙醇、浓硫酸、氢氧化钠、冰乙酸、亚硫酸钠、氯化钠、柠檬酸钠，分析纯，天津国药集团化学试

剂有限公司；溴化钾，光谱纯，上海麦克林生化科技有限公司；蛋白胨、酵母浸粉，生物试剂，北京奥博星生物技术有限责任公司；去离子水由实验室自制。

JSM-IT300 LV 型扫描电子显微镜，日本电子株式会社；FEI_Apreo 型场发射扫描电子显微镜，美国贝克曼公司；zetasizer advance 型纳米粒度及 Zeta 电位分析仪，英国马尔文帕纳科公司；FTIR-650 型红外光谱分析仪，天津港东科技发展股份有限公司；SDT650 型同步热分析仪，美国 TA 仪器；XRD-6100 型多晶粉末 X 射线衍射仪，日本岛津电子株式会社。

1.2 实验方法

1.2.1 小麦麸皮纤维素的提取

取一定量的原料麸皮漂洗、干燥，再用粉碎机粉碎并过 40 目筛。将磨碎的麸皮在室温下用无水乙醇洗涤 12 h 后自然干燥。取 20 g 干燥的麸皮加入 400 mL 100 g/L 稀硫酸，并在 60 °C 条件下机械搅拌 60 min，用去离子水冲洗干净并烘干。在剩余物中加入 50 g/L NaOH 溶液 400 mL，在 70 °C 下机械搅拌 4 h 后，用去离子水洗涤干净。加入 18 g/L NaClO₂ 溶液并用乙酸调节 pH 为 3~4，在 70 °C 条件下对不溶性残留物进行漂白处理，漂白时间为 3 h，漂白步骤重复 3 次。将得到的白色产物用去离子水充分洗涤至洗涤液 pH 为 6~7，冷冻干燥后得到小麦麸皮纤维素。

1.2.2 纳米纤维素晶体的制备

将 Bano 等提出的硫酸水解方法^[15]稍作修改，用于制备纳米纤维素晶体(CNC)，制备过程如图 1 所示。

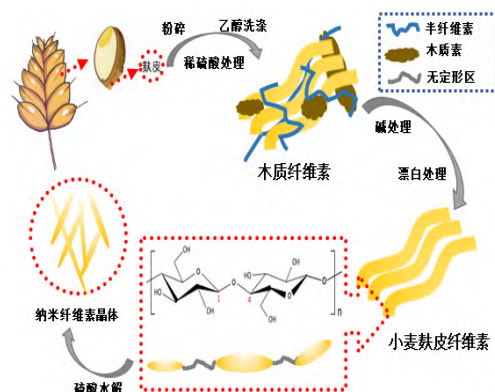


图 1 小麦麸皮制备纳米纤维素晶体示意图

Fig. 1 Schematic diagram of preparing nanocellulose crystals from wheat bran

将 2 g 麦麸纤维素分散在 40 g 质量分数为 64% H₂SO₄ 溶液中，分别在 45、50、55 °C 下持续搅拌

60 min(分别记作 CNC₄₅、CNC₅₀和 CNC₅₅)。接着加入 10 倍体积的去离子水以淬灭水解反应,在 10000 r/min 条件下离心处理 15 min,离心洗涤过程重复数次。用去离子水透析(透析膜截断相对分子质量为 8000~14000),直至透析液达到中性。将获得的 CNC 悬浮液在冰浴中超声处理 25 min 后进行冷冻干燥。

1.2.3 小麦麸皮纤维素化学成分测定

根据 Jongaroontaprangsee 的方法^[16]测定不同处理阶段小麦麸皮的化学组分含量(纤维素、半纤维素和木质素)。每个样品重复测定 3 次并计算平均值。

1.2.4 扫描电子显微镜及场发射电子显微镜观察

将冷冻干燥后的待测样品进行喷金后,采用扫描电子显微镜和场发射电子显微镜对其进行观察并拍照。

1.2.5 Zeta 电位和粒径测定

将待测悬浮液稀释 10 倍后,使用纳米粒度及 Zeta 电位分析仪测定样品的 Zeta 电位和粒径(使用去离子水作为分散剂)。每个样品的 Zeta 电位重复测试 3 次,取平均值。

1.2.6 CNC 得率的测定

将一定量的 CNC 悬浮液放入称量瓶中,在 105 °C 烘箱中干燥至质量恒定,通过质量计算 CNC 得率^[17]。

$$R = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100\% \quad (1)$$

式中: R 为 CNC 得率,%; m_1 为干燥麦麸纤维素的质量, g ; m_2 为烘干后的 CNC 与称量瓶的总质量, g ; m_3 为称量瓶的质量, g 。

1.2.7 傅里叶变换红外光谱分析

使用傅里叶变换红外光谱仪检测样品经过不同方法处理后官能团的变化,扫描范围为 500~4000 cm^{-1} 。

1.2.8 X 射线衍射分析

使用 X 射线衍射仪对样品的结晶度进行检测,扫描范围为 10°~60°,扫描速率为 5 (°)/min。

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100\% \quad (2)$$

式中: I_c 为 CNC 的结晶度指数,%; I_{002} 表示 $2\theta=22^\circ$ 处的 (002) 晶面衍射峰的最大强度; I_{am} 表示 $2\theta=18^\circ$ 处的非晶部分衍射峰的最小强度^[18]。

1.2.9 热重分析

在同步热分析仪中,将 5~10 mg 干燥的样品在氮气环境中以 20 °C/min 的升温速率从 30 °C 加热至 700 °C,考察样品的热稳定性。

1.2.10 CNC 的抗菌性能测定

采用牛津杯法测定粗麦麸、小麦麸皮纤维素以及不同水解温度下的 CNC 悬浮液的抑菌效果。本次使用的菌种为金黄色葡萄球菌和大肠杆菌,均由实验室自主培养。

将菌种活化培养 16 h,与温度适中的固体培养基混合均匀后倒入提前已经放好牛津杯的培养皿中,等待培养皿中的培养基自然冷却凝结后,用镊子取出牛津杯。称取 0.5 g 粗麦麸和 0.5 g 小麦麸皮纤维素粉末,质量分数为 1% CNC 悬浮液则各取 100 μL ,分别倒入取出牛津杯剩下的小洞中。同时取质量分数为 70% 柠檬酸钠溶液 100 μL 作为阳性对照;将处理好的培养皿放入 37 °C 的恒温培养箱中,培养 24 h 后取出观察细菌的生长情况,拍照记录抑菌圈的大小。

2 结果与讨论

2.1 小麦麸皮各处理阶段形态分析

麸皮各处理阶段的外观照片如图 2 所示。粗麦麸经研磨、乙醇洗涤、稀硫酸处理以及碱处理后颜色由浅褐色变为深褐色,这是由于在纯化过程中除去了木质素、半纤维素和其他非纤维素成分(例如蜡、果胶和脂质等组分)。经过漂白处理后,产品颜色变为白色。在肉眼观察下,可以看到所采用的酸水解条件能够获得稳定的 CNC 水性悬浮液。硫酸水解生成的产物表面带有硫酸根的产生强烈的静电斥力,使 CNC 悬浮液具有一定的分散性和稳定性。



图 2 麸皮各处理阶段的外观照片

Fig. 2 Photographs of the appearance of bran at various stages of treatment

2.2 小麦麸皮各处理阶段化学组分分析

木质纤维素生物质中纤维素 (30%~50%)、半纤维素 (15%~35%) 和木质素 (10%~25%) 的含量因物种而异。小麦麸皮在不同处理阶段的化学成分见表 1。小麦麸皮由 31.7% 纤维素、33.3% 半纤维

素和 16.5%木质素组成，所得结果与文献数据^[13]大致相符，证明了小麦麸皮可以作为纤维素和纳米纤维素的潜在来源。木质素被认为是最难从木质纤维素生物质中去除的成分。碱处理可以有效去除半纤维素，而大部分木质素和残留的半纤维素则通过连续漂白过程去除。从表 1 中可以看出经过纯化后，纤维素含量显著增加 ($p < 0.05$)，表明所应用的处理适用于纤维素提取。

表 1 小麦麸皮在不同处理阶段的化学成分

Tab. 1 Chemical compositions of wheat bran at different treatment stages

样品	质量分数/%		
	纤维素	半纤维素	木质素
粗麦麸	31.7±0.8 ^c	33.3±1.0 ^a	16.5±0.9 ^a
碱处理麦麸	62.8±0.6 ^b	12.4±0.4 ^b	14.8±1.1 ^a
漂白麦麸	89.6±0.4 ^a	2.9±0.6 ^c	1.3±1.0 ^b

注：同一列中标有不同字母的均值存在显著差异 ($p < 0.05$)

2.3 扫描电子显微镜与场发射扫描电子显微镜分析

使用扫描电子显微镜与场发射扫描电子显微镜观察样品的微观形态，结果如图 3、图 4 所示。

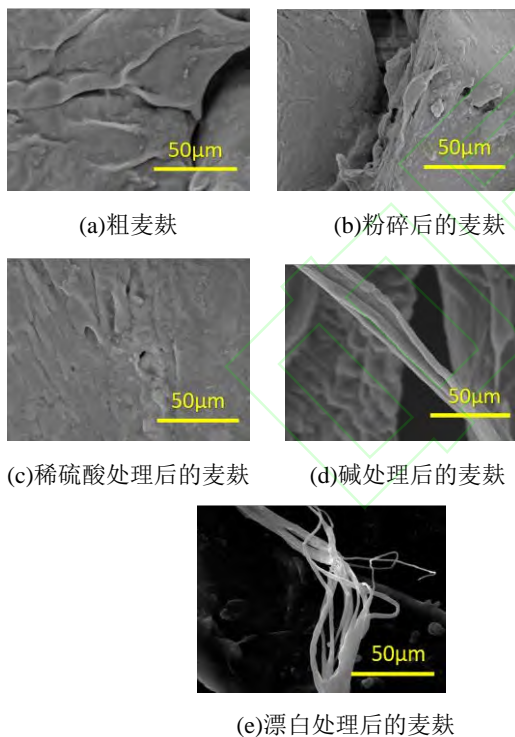


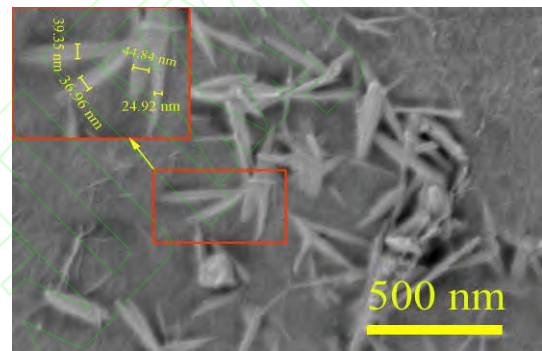
图 3 小麦麸皮各处理阶段扫描电子显微镜图像

Fig. 3 Scanning electron microscope images of bran at each stage of treatment

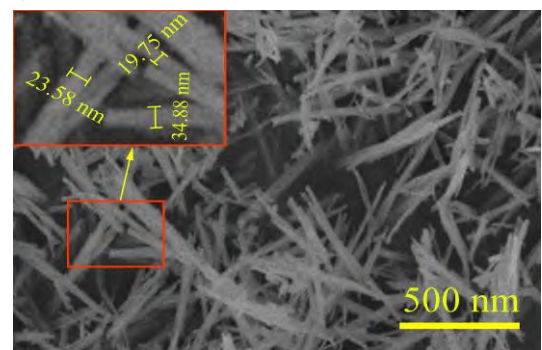
粗麦麸呈现出光滑的表面和致密的结构，这可能是因为一些非纤维素成分充当了纤维素原纤维周围的黏合剂。从磨碎的麦麸的图像中可以看到附着

着的淀粉颗粒，这可能是存在着胚乳的原因。经过稀硫酸和碱处理后，纤维表面变得粗糙且不规则，这两种处理对促进纤维结构的溶胀和为后续提高漂白剂的渗透效果至关重要。漂白过程导致部分纤维素脱纤和纤维束打开，所得纤维素原纤维呈网状结构，原纤维的直径也随之减小。

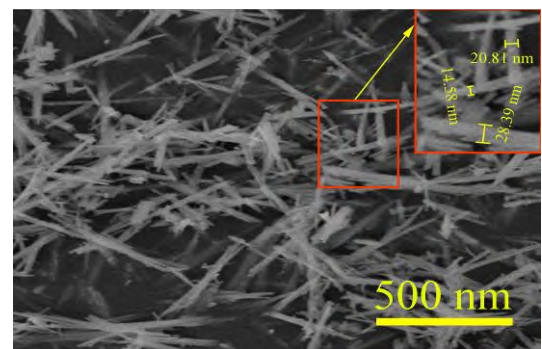
通过场发射电镜图像(图 4)可以观察到，麦麸纤维素经过硫酸水解后得到的纳米纤维素晶体呈现出短棒状、针状的形态，且直径均为几十纳米，证实了从小麦麸皮中提取 CNC 的方法具有可行性。CNC 的尺寸非常小且比表面积大，会产生聚集，这些聚集体可以通过链间强氢键作用或范德瓦耳斯力相互堆叠^[19-20]。在室温下静置 24 h 后，所有的 CNC 悬浮液均展现出良好的稳定性。



(a)45 °C 硫酸水解 CNC



(b)50 °C 硫酸水解 CNC



(c)55 °C 硫酸水解 CNC

图 4 不同水解温度下 CNC 的场发射扫描电子显微镜图像

Fig. 4 CNC field emission scanning electron microscopy images at different hydrolysis temperatures

2.4 Zeta 电位、粒径和得率分析

Zeta 电位是评估颗粒之间相互作用力强度的度量, 是有关分散体系稳定性或聚集趋势的关键参数。不同水解温度下 CNC 悬浮液的 Zeta 电位如图 5 所示。

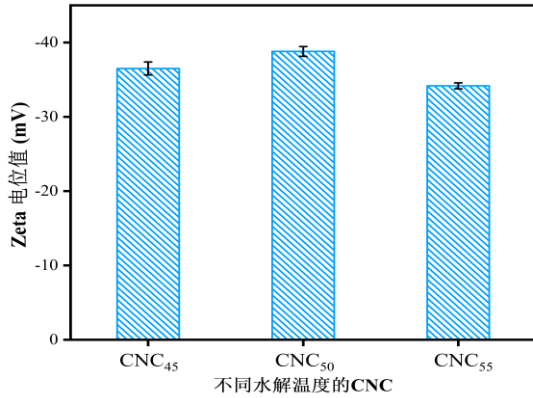
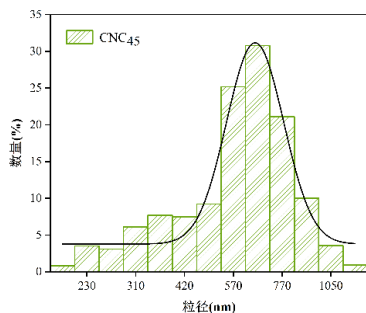


图 5 不同水解温度下 CNC 悬浮液的 Zeta 电位

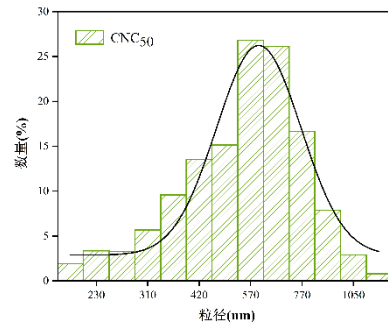
Fig. 5 Zeta potential of CNC suspensions at different hydrolysis temperatures

当 Zeta 电位的绝对值大于 30 mV 时, 纳米纤维素悬浮液被认为是稳定的, 此时纳米颗粒表面带有足够的相互排斥的电荷, 防止了纳米颗粒的聚集^[21]。由图 5 可知, 3 种水解温度下制备的 CNC 悬浮液的 Zeta 电位值为 -38.8~-34.2mV, 证明了其在水性分散体系中的稳定性。使用硫酸水解可以将带负电的硫酸根接枝到纳米纤维素晶体的表面, 形成负电荷层, 并通过强静电斥力形成稳定的胶体悬浮液^[2]。

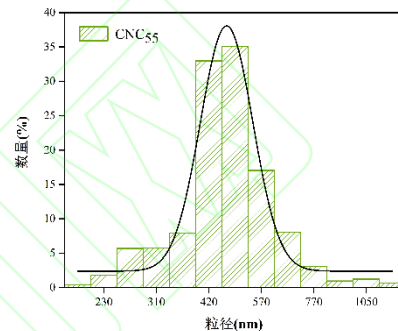
图 6 为不同水解温度下 CNC 的粒径分布图。CNC₄₅、CNC₅₀ 和 CNC₅₅ 的平均粒径分别为 644.77、568.81、468.18 nm, 这表明随着酸水解温度的提高, CNC 的平均粒径在逐步减小。这可能与纤维素的无定形区甚至部分结晶区被破坏有关。



(a) CNC₄₅



(b) CNC₅₀



(c) CNC₅₅

图 6 不同水解温度下 CNC 的粒径分布图

Fig. 6 Particle size distribution of CNC at different hydrolysis temperatures

不同水解温度下的 CNC 得率如图 7 所示。随着水解温度的升高, CNC 得率明显下降, 从 CNC₄₅ 的 36.08% 下降至 CNC₅₅ 的 29.56%。这可能是因为较高的水解温度会破坏更多的纤维素无定形区, 甚至使结晶区的糖苷键发生断裂。此外, 硫酸浓度也是影响 CNC 得率的关键因素之一。一般而言, 使用 64% 的硫酸可以获得结晶度较高且得率在 21%~38% 之间的 CNC^[22]。

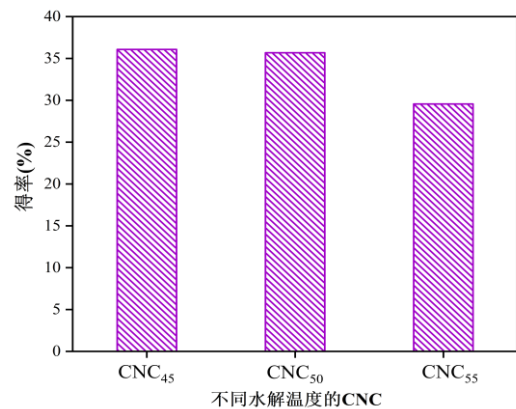


图 7 不同水解温度下的 CNC 得率

Fig. 7 CNC yield at different hydrolysis temperatures

2.5 傅里叶变换红外光谱分析

通过傅里叶变换红外光谱分析了粗麦麸、小麦麸皮纤维素和 CNC 样品的化学结构, 结果如图 8 所示。

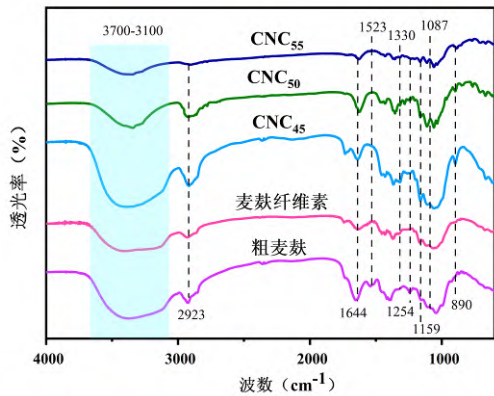


图 8 不同样品的傅里叶变换红外光谱图

Fig. 8 Fourier transform infrared spectra of different samples

出现在 $3100\sim 3700\text{ cm}^{-1}$ 和 2923 cm^{-1} 处的突出峰分别归属于 O—H 的伸缩振动和 C—H 的对称振动, 这些峰与纤维素结构密切相关, 表明麸皮的纤维素成分在化学处理过程中没有被去除。麦麸纤维素和 CNC 样品的红外光谱在 1523 cm^{-1} 和 1254 cm^{-1} 处没有峰, 这可能是由于纯化过程中除去了半纤维素和木质素的原因。化学处理过程使纤维素的含量增加, 一些小峰例如 1330 cm^{-1} 、 1159 cm^{-1} 、 1108 cm^{-1} 也更加突出。CNC 样品红外光谱在 890 cm^{-1} 处出现了一个新峰, 这可能与 C—O—S 键的振动有关。红外光谱的结果与表 1 中的化学成分相符合。

2.6 X 射线衍射分析

通过 X 射线衍射仪对样品的晶体结构进行评估, 不同样品的 X 射线衍射图谱如图 9 所示。

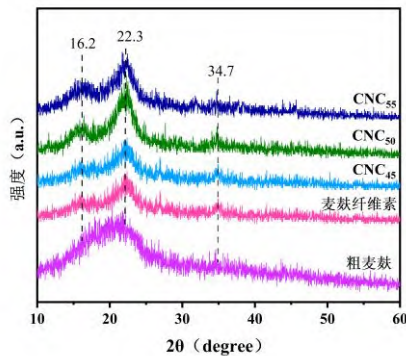


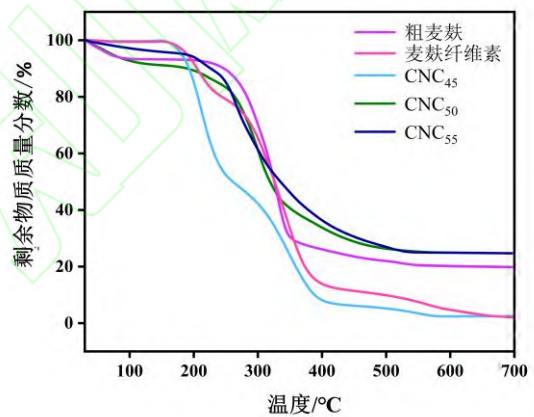
图 9 不同样品的 X 射线衍射图谱

Fig. 9 XRD patterns of different samples

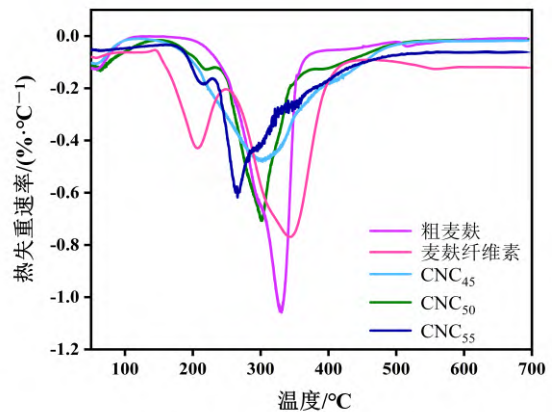
在 16.2° 、 22.4° 和 34.7° 处观察到特征衍射峰, 分别对应于(110)、(002)和(004)晶面^[23]。这些晶面代表了纤维素样品中纤维素 I 的典型结构^[10]。与粗麦麸相比, 经过化学处理后, 主晶峰处(22.4°)的衍射强度明显增加。CNC₅₀ 的结晶度指数最高, 为 72.88%, 其次是 CNC₄₅ (70.28%) 和 CNC₅₅ (69.22%)。与 CNC₅₀ 相比, CNC₅₅ 的结晶度减小, 这可能是由于硫酸导致部分纤维素结晶区水解。

2.7 热稳定性分析

不同样品的热重和热重微分曲线如图 10 所示。麦麸纤维素的主要降解温度为 $346.58\text{ }^\circ\text{C}$, 高于粗麦麸的 $320.38\text{ }^\circ\text{C}$ 。这一差异可以归因于半纤维素的去除。与纤维素相比, 半纤维素的降解温度较低^[24]。另外, 所有 CNC 样品的降解温度均低于制得的麦麸纤维素, 表明硫酸水解导致了热稳定性的下降。



(a) 热重曲线



(b) 热重微分曲线

图 10 不同样品的热重和热重微分曲线
Fig. 10 TG and DTG curves of different samples
CNC₄₅、CNC₅₀、CNC₅₅ 的降解温度分别为

305.46、299.56、266.25 °C, 随着水解温度的升高, 降解温度逐渐降低。CNC 的比表面积增大以及在表面引入硫酸根导致热稳定性降低、降解活化能减小^[17]。

2.8 不同 CNC 悬浮液的抑菌能力分析

不同样品的抑菌效果如图 11 所示。图 11 结果表明, 粗麦麸(GWB)与麦麸纤维素(WBC)均不具有抑菌性。随着水解温度的增加, CNC 悬浮液的抑菌效果有所增强, 并且对大肠杆菌的抑制效果稍强于金黄色葡萄球菌。这种现象产生的原因可能是, CNC 粒子通过静电场的吸附作用, 渗入到细菌细胞壁内, 从内部破坏细菌自身的代谢平衡, 使其内容物泄漏而达到抑菌的效果^[25]。由于大肠杆菌和金黄色葡萄球菌所属细菌种类不同, 具有不同的细胞结构、生长特性和代谢途径, 因此 CNC 悬浮液对它们的抑制效果存在差异。

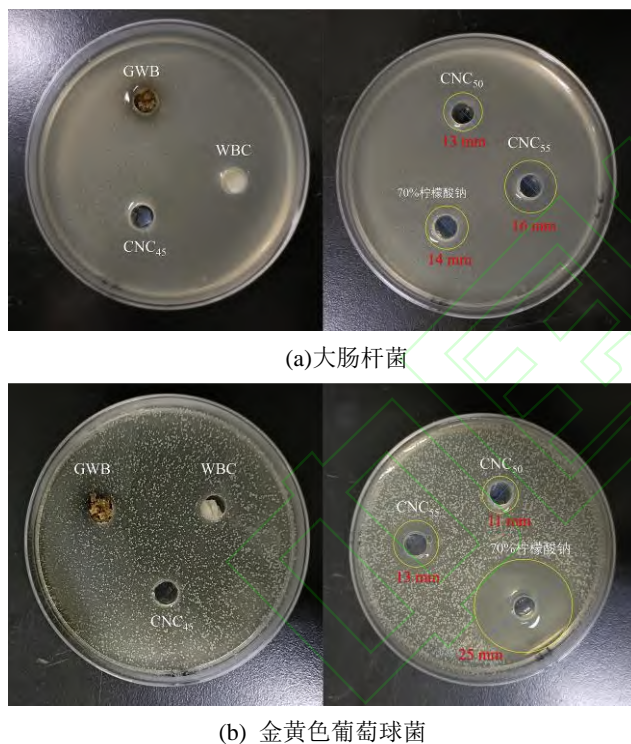


图 11 不同样品的抑菌效果

Fig. 11 Antibacterial effects of different samples

3 结论

本研究以小麦麸皮为原料, 通过乙醇洗涤、稀硫酸处理、氢氧化钠和亚氯酸钠漂白处理的工艺, 有效去除了麸皮中的非纤维素成分。红外光谱进一步证实了在纯化过程中, 纤维素成分被成功保留。采用硫酸水解法成功制备了 CNC。随着酸水解温度的升高, CNC 的粒径和得率都有所减小, 热稳定性

也呈现下降趋势。CNC 悬浮液的 Zeta 电位处于良好的范围内, 所以具有一定的稳定性。当水解温度为 50 °C 时, CNC 为高结晶度的针状物。在酸水解温度为 50 °C 和 55 °C 时, 质量浓度为 1% 的 CNC 悬浮液对大肠杆菌和金黄色葡萄球菌均表现出一定的抑菌效果。因此, 从小麦麸皮中制备的 CNC 在可再生纳米复合材料制造以及多样化应用方面展现出巨大的潜力。

参考文献:

- [1] DAS A, MAHANWAR P. A brief discussion on advances in polyurethane applications[J]. *Advanced industrial and engineering polymer research*, 2020, 3(3): 93-101.
- [2] DE OLIVEIRA F B, BRAS J, PIMENTA M T B, et al. Production of cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse fibers and pith[J]. *Industrial crops and products*, 2016, 93: 48-57.
- [3] LIU X Y, JIANG Y, SONG X P, et al. A bio-mechanical process for cellulose nanofiber production: towards a greener and energy conservation solution[J]. *Carbohydrate polymers*, 2019, 208: 191-199.
- [4] YANG Y, CHEN Z, ZHANG J X, et al. Preparation and applications of the cellulose nanocrystal[J]. *International journal of polymer science*, 2019, 2019: 1-10.
- [5] TAN K W, HEO S K, FOO M L, et al. An insight into nanocellulose as soft condensed matter: challenge and future prospective toward environmental sustainability[J]. *Science of the total environment*, 2019, 650: 1309-1326.
- [6] JIANG J G, ZHU Y L, ZARGAR S, et al. Rapid, high-yield production of lignin-containing cellulose nanocrystals using recyclable oxalic acid dihydrate[J]. *Industrial crops and products*, 2021, 173: 114148.
- [7] 张阳德. 纳米生物材料学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [8] YAZDANBAKHSI M F, RASHIDI A. The effect of ultrasonic waves on alpha-cellulose extraction from wheat bran to prepare alpha-cellulose nanofibers[J]. *The journal of the textile institute*, 2020, 111(10): 1518-1529.
- [9] 张瑞雪, 李沿, 任晨刚, 等. 小麦麸皮在饲料及食品加工领域应用研究现状[J]. *粮食与食品工业*, 2023, 30(6): 1-5.
- [10] KASIRI N, FATHI M. Production of cellulose nanocrystals from pistachio shells and their application for stabilizing Pickering emulsions[J]. *International journal of biological macromolecules*, 2018, 106: 1023-1031.

- [11] SCHIAVI D, RONCHETTI R, DI LORENZO V, et al. Sustainable protocols for cellulose nanocrystals synthesis from tomato waste and their antimicrobial properties against *Pseudomonas syringae* pv. *tomato*[J]. *Plants*, 2023, 12(4): 939.
- [12] 邹奕亮,郑励行,王俞陈,等. 秸秆纳米纤维素和纳米木质素的环保高效提取[J]. *纤维素科学与技术*,2022,30(2):35-44.
- [13] XIAO Y Q, LIU Y N, WANG X J, et al. Cellulose nanocrystals prepared from wheat bran: Characterization and cytotoxicity assessment[J]. *International journal of biological macromolecules*, 2019, 140: 225-233.
- [14] NILSSON C. Preparation and characterization of nanocellulose from wheat bran[D]. Lund:Lund University,2017.
- [15] BANO S, NEGI Y S. Studies on cellulose nanocrystals isolated from groundnut shells[J]. *Carbohydrate polymers*, 2017, 157: 1041-1049.
- [16] JONGAROONTAPRANGSEE S, CHIEWCHAN N, DEVAHASTIN S. Production of nanofibrillated cellulose with superior water redispersibility from lime residues via a chemical-free process[J]. *Carbohydrate polymers*, 2018, 193: 249-258.
- [17] REN M N, FAKAYODE O A, KONG F G, et al. Characterization of cellulose nanocrystals prepared by different delignification methods and application of ultra-light, hydrophobic aerogels as oil absorbent in food systems[J]. *Industrial crops and products*, 2023, 197: 116653.
- [18] 王兵. 木质素结构解析及其 Pb(II)吸附和抗紫外性能的研究[D]. 北京:北京林业大学,2019.
- [19] 皮荷杰,苗家铭,谢思兰,等. 棉花秆纳米纤维素的制备以及对复合水凝胶的性能增效研究[J]. *塑料工业*,2022,50(6):109-117.
- [20] 黄丽婕,张晓晓,徐铭梓,等. 木薯渣纳米纤维素的制备与表征[J]. *包装工程*,2019,40(15):16-23.
- [21] 邵添,樊红秀,刘炳莉,等. 改性玉米秸秆纤维素的制备及其对 Pickering 乳液稳定性的影响[J]. *食品工业科技*,2023,44(15):25-33.
- [22] BRINCHI L, COTANA F, FORTUNATI E, et al. Production of nanocrystalline cellulose from lignocellulosic biomass: technology and applications[J]. *Carbohydrate polymers*, 2013, 94(1): 154-169.
- [23] LUZI F, PUGLIA D, SARASINI F, et al. Valorization and extraction of cellulose nanocrystals from North African grass: *ampelodesmos mauritanicus* (Diss)[J]. *Carbohydrate polymers*, 2019, 209: 328-337.
- [24] 田鑫,王雨萌,徐师苗,等. CFS 预处理对不同秸秆原料酶解和理化结构的影响[J]. *山西农业科学*,2023,51(12):1426-1434.
- [25] 朱勇. 纳米纤维素的制备、降解及抗菌性的研究[D]. 天津:天津大学,2009.