

DOI:10.3969/j.issn.1000-1298.2010.10.023

挤压膨化参数对玉米秸秆纤维成分含量的影响^{*}

赵凤芹¹ 申德超²

(1. 沈阳农业大学工程学院, 沈阳 110161; 2. 山东理工大学农业工程与食品科学学院, 淄博 255049)

【摘要】 针对秸秆纤维制取酒精过程中纤维利用率低问题,利用小型单螺杆秸秆挤压机,采用五因素五水平正交旋转组合试验方法,研究了挤压膨化系统参数:模孔环隙 B 、螺杆末端至模板内表面的距离 δ 、套筒温度 T 、螺杆转速 N 和物料含水率 W ,对玉米秸秆纤维(纤维素、半纤维素和木质素)成分比例的影响规律,得出最优参数组合为: $B=4\text{ mm}$ 、 $\delta=5\text{ mm}$ 、 $T=120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $N=90\text{ r/min}$ 、 $W=20\%$,纤维成分含量为:纤维素35.11%,半纤维素31.83%,木质素6.77%。研究结果为秸秆纤维制取酒精的挤压膨化预处理工艺提供参考。

关键词: 玉米秸秆 挤压膨化 纤维素 酒精 工艺优化

中图分类号: TQ352.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2010)10-0112-05

Influence of Extrusion System Parameters on Fiber Content of Maize Straw

Zhao Fengqin¹ Shen Dechao²

(1. College of Engineering, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110161, China

2. School of Agricultural and Food Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255049, China)

Abstract

With the problem that low fiber utilization in the alcohol process from maize straw, the influence of extrusion system parameters on fiber content of maize straw (cellulose, hemicellulose and lignin) through square combination experiment of five factors and five levels with orthogonal rotation by the single extruder, these parameters include the nozzle's gap (B), distance (δ) between screw end and internal surface of die, the temperature (T) of sleeve, the screw speed (N) and straw moisture (W). The optimum values of parameters of extrusion system were put out. They were as follows: $B=4\text{ mm}$, $\delta=5\text{ mm}$, $T=120\text{ }^{\circ}\text{C}$, $N=90\text{ r/min}$, $W=20\%$, and on the optimus parameters, fiber content of maize straw were follows: cellulose content is 35.11%, hemicellulose content is 31.83%, lignin content is 6.77%. If the parameters of extrusion system were selected reasonably, the test results could provided certain reference for extruding pretreatment process of producing alcohol by straw fiber.

Key words Maize straw, Extrusion, Fiber content, Alcohol, Process optimization

引言

近几年来,秸秆内的纤维素转化为燃料酒精是生物质转化研究热点之一,而秸秆结构复杂,纤维素和半纤维素被难以降解的木质素包裹,使得纤维素酶和半纤维素酶无法接触底物,构成了纤维质原料利用的重大障碍^[1~2]。

国内外研究表明,蒸煮和气爆处理可以有效去除秸秆纤维的木质素,提高其对酶水解和酒精发酵的敏感度^[3]。挤压膨化技术作为一种高温短时处理原料的方法,在许多领域有着广泛应用。张祖立等在小型螺杆膨化机上对秸秆进行了试验研究,找出了较优的物料和机器参数,并对部分试验样品进行了营养分析测试,结果表明,挤压膨化能够改善秸

收稿日期: 2009-12-18 修回日期: 2010-04-01
^{*} 沈阳市科学基金资助项目(1063304-1-00)
作者简介: 赵凤芹, 教授, 主要从事农产品加工工程研究, E-mail: fqinzha@163.com
通讯作者: 申德超, 教授, 博士生导师, 主要从事农产品加工工程研究, E-mail: shende@126.com

秆的理化性状,能够提高农作物秸秆的利用率^[4]。

Ismail F A 等以螺杆的转速和套筒的温度为影响因素,研究了小麦和青贮玉米秸秆经挤压膨化后的发酵能力;通过分析累计产生的气体曲线得知,挤压膨化处理对发酵影响显著^[5-6]。

本文以玉米秸秆为例,在小型秸秆挤压膨化机上,采用五因素五水平正交旋转组合试验方法,研究挤压膨化参数对玉米秸秆纤维中各成分含量的影响规律,得出最优参数组合,为玉米秸秆生产酒精挤压膨化预处理工艺提供科学依据与理论基础。

1 试验材料和方法

1.1 材料与设备

试验材料:玉米秸秆(品种:富友9号),购于东北农业大学试验场;其他试剂为化学分析纯。

试验设备:自制的单螺杆挤压膨化机(东北农业大学工程学院)^[4]。DF-110 型电子分析天平,精度 0.1 mg。HG101-1 型电热鼓风干燥箱,灵敏度 ±1℃。DWF-100 型电动植物粉碎机。9FFQ-3-320 型侧切揉搓粉碎多功能机。

1.2 试验方法

试验步骤为:玉米秸秆—粉碎—挤压膨化—调质—挤压膨化秸秆—指标的测定^[7]。

将玉米秸秆自然晒干,含水率达到 8% 左右时,用锤片式秸秆粉碎机将玉米秸秆粉碎,粉碎后秸秆的平均长度约为 15 mm。

将粉碎后的玉米秸秆进行挤压膨化处理,根据需要可以控制不同的挤压膨化参数进行挤压膨化试验^[8-9]。

通过测定中性洗涤纤维和酸性洗涤纤维(测定方法为 GB/T6434—2006),计算纤维素、半纤维素和木质素的质量分数^[10]。

选择挤压机模孔环隙 B (模头端部半径与模板孔半径之差)、螺杆末端至模板内表面距离(δ 段长度)、套筒温度 T 、螺杆转速 N 、含水率 W 为影响因素,分别用 x_1 、 x_2 、 x_3 、 x_4 、 x_5 表示,因素水平安排如表 1 所示^[10]。

考察挤出物中纤维素、半纤维素和木质素的质量分数(Y_1 、 Y_2 、 Y_3)。

2 试验结果与分析

试验安排及试验结果如表 2 所示。

2.1 半纤维素含量

2.1.1 回归方程

借助 SPSS 软件进行多元线性回归分析,当变量全部选入时,半纤维含量回归方程为

表 1 试验因素水平编码

Tab.1 Experimental variables & levels

编码	x_1/mm	x_2/mm	$x_3/^\circ\text{C}$	$x_4/\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$	$x_5/\%$
2	3	5	80	30	20
1	4	10	110	50	28
0	5	15	140	70	36
-1	6	20	170	90	44
-2	7	25	200	110	52

表 2 试验方案及结果

Tab.2 Experimental plan & results

序号	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	$Y_1/\%$	$Y_2/\%$	$Y_3/\%$
1	1	1	1	1	1	35.58	25.84	7.08
2	1	1	-1	-1	-1	34.58	20.76	6.96
3	1	1	-1	1	-1	35.30	24.79	7.93
4	1	1	-1	-1	1	35.11	31.83	6.77
5	1	-1	1	1	-1	35.02	22.91	7.31
6	1	-1	1	-1	1	36.28	27.73	7.18
7	1	-1	-1	1	1	36.15	25.36	6.80
8	1	-1	-1	-1	-1	34.17	25.40	6.40
9	-1	1	1	1	-1	36.06	25.24	6.68
10	-1	1	1	-1	1	36.17	25.28	7.72
11	-1	1	-1	1	1	38.44	25.78	7.20
12	-1	1	-1	-1	-1	34.44	23.08	7.72
13	-1	-1	1	1	1	37.73	23.77	6.08
14	-1	-1	1	-1	-1	34.03	17.30	9.53
15	-1	-1	-1	1	-1	33.09	29.03	6.14
16	-1	-1	-1	-1	1	36.78	26.97	5.51
17	2	0	0	0	0	36.19	25.21	5.52
18	-2	0	0	0	0	35.13	26.74	5.62
19	0	2	0	0	0	36.97	22.74	5.67
20	0	-2	0	0	0	36.90	22.43	7.23
21	0	0	2	0	0	33.16	17.74	9.78
22	0	0	-2	0	0	34.83	30.77	6.14
23	0	0	0	2	0	35.47	25.78	5.46
24	0	0	0	-2	0	35.00	25.07	6.57
25	0	0	0	0	2	38.04	25.08	7.27
26	0	0	0	0	-2	34.11	22.80	7.59
27	0	0	0	0	0	34.82	25.84	5.44
28	0	0	0	0	0	36.45	24.41	5.94
29	0	0	0	0	0	34.82	26.57	5.99
30	0	0	0	0	0	37.33	24.27	6.06
31	0	0	0	0	0	34.64	22.58	6.49
32	0	0	0	0	0	33.40	23.81	7.78
33	0	0	0	0	0	37.22	26.86	6.17
34	0	0	0	0	0	36.73	22.90	6.31
35	0	0	0	0	0	34.11	26.65	5.92
36	0	0	0	0	0	34.31	25.79	6.51

$$Y_1 = 24.883 + 0.213X_1 + 0.198X_2 - 2.061X_3 + 0.241X_4 + 1.192X_5 - 0.031X_1X_2 + 0.196X_1X_3 - 1.126X_1X_4 + 0.609X_1X_5 + 0.418X_2X_3 - 0.186X_2X_4 + 0.354X_2X_5 + 0.563X_3X_4 + 0.548X_3X_5 - 1.656X_4X_5 + 0.379X_1^2 - 0.468X_2^2 - 0.051X_3^2 + 0.242X_4^2 - 0.130X_5^2$$

2.1.2 方差分析

表 3 为半纤维素含量回归方程的方差分析和检验结果,从表 3 可以看出, $F_1 < F_{0.05}(6,9) = 3.37$,说明回归方程拟合较好,又因 $F_2 > F_{0.05}(20,15) = 2.33$,说明方程在 0.05 水平是显著的,即试验数据与所采用的二次数学模型基本相符。

表 3 半纤维素含量回归方程方差分析

Tab.3 Variance analysis of hemicellulose

来源	平方和	自由度	均方	F 值	临界值
回归	239.546	20	11.977	$F_2 = 3.494\ 2$	$F_{0.05}(20,15)$
剩余	51.416	15	3.427		
拟合	28.885	6	15.020	$F_1 = 1.923\ 1$	$F_{0.05}(6,9)$
误差	22.531	9	4.814		
总和	290.962	35			

2.1.3 单因素分析

单因素分析时,将其他因素固定在 0 水平,分别改变模孔环隙、 δ 段长度、套筒温度、螺杆转速和物料含水率的水平值,各因素对半纤维素的影响规律如图 1 所示。

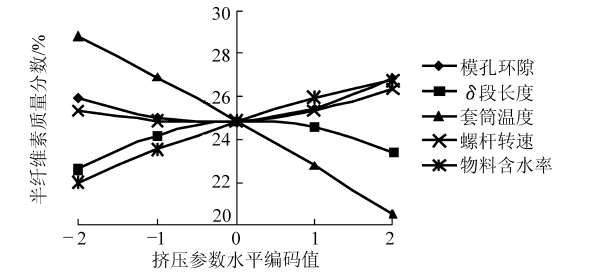


图 1 试验因素对半纤维素含量影响规律曲线

Fig.1 Relationship between hemi-cellulose contents and experimental factors

从图 1 可以看出,半纤维素含量随模孔环隙的改变变化不大;半纤维素含量随 δ 段长度的增加先增加后减少;半纤维素含量随套筒温度的升高而减少;半纤维素含量随螺杆转速的升高先减少后增加,总体影响不大;半纤维素含量随物料含水率的升高而增加,因为物料含水率升高,物料在机筒内运动阻力减小,滞留时间降低,不利于纤维的降解。

2.2 纤维素含量

2.2.1 回归方程

借助 SPSS 软件进行多元线性回归分析,纤维素含量回归方程为

$$Y_2 = 35.39 - 0.1X_1 + 0.118X_2 - 0.061X_3 + 0.28X_4 + 0.98X_5 - 0.28X_1X_2 - 0.03X_1X_3 - 0.12X_1X_4 - 0.47X_1X_5 - 0.24X_2X_3 + 0.27X_2X_4 - 0.36X_2X_5 + 0.05X_3X_4 - 0.21X_3X_5 + 0.08X_4X_5 + 0.069X_1^2 + 0.38X_2^2 - 0.36X_3^2 - 0.05X_4^2 + 0.16X_5^2$$

2.2.2 方差分析

表 4 为纤维素含量回归方程的方差分析。从表 4 可以看出, $F_1 = 0.300\ 4 < F_{0.05}(6,9) = 3.37$,说明回归方程拟合较好,又因 $F_2 = 2.4476 > F_{0.05}(20,15) = 2.33$,说明方程在 0.05 水平是显著的,即试验数据与所采用的二次数学模型基本相符。

表 4 纤维素含量回归方程方差分析

Tab.4 Variance analysis of cellulose

来源	平方和	自由度	均方	F 值	临界值
回归	44.997	20	2.449 9	$F_2 =$	$F_{0.05}(20,15)$
剩余	15.013	15	1.001		
拟合	3.606	6	0.601	$F_1 =$	$F_{0.05}(6,9)$
误差	18.007	9	2.001		
总和	60.010	35			

2.2.3 单因素分析

挤压膨化工艺参数对纤维素含量的影响规律如图 2 所示。

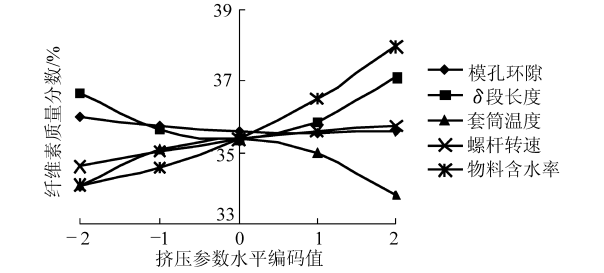


图 2 试验因素对纤维素含量影响规律曲线

Fig.2 Relationship between cellulose content and experimental factors

从图 2 可以看出,套筒温度、模孔环隙、螺杆转速对纤维素含量影响不大。纤维素含量随 δ 段长度的增加先减少后增加,但总体影响不大。纤维素含量随物料含水率的升高而增加。因为物料含水率升高,物料在机筒内运动阻力减小,滞留停留时间降低,纤维降解少,纤维素质量分数高。

2.3 酸性洗涤木质素含量

2.3.1 回归方程

用同样的方法得出木质素含量的回归方程

$$Y_3 = 6.23 - 0.01X_1 + 0.47X_3 - 0.2X_4 - 0.21X_5 - 0.06X_1X_2 - 0.08X_1X_3 + 0.39X_1X_4 + 0.17X_1X_5 - 0.4X_2X_3 + 0.13X_2X_4 + 0.21X_2X_5 - 0.37X_3X_4 - 0.03X_3X_5 + 0.16X_4X_5 - 0.13X_1^2 + 0.09X_2^2 + 0.47X_3^2 - 0.02X_4^2 + 0.34X_5^2$$

2.3.2 方差分析

表 5 为木质素含量回归方程的方差分析,从表 5 可以看出, $F_1 = 2.05 < F_{0.05}(6,9) = 3.37$,说明回归方程拟合较好,又因 $F_2 = 2.62 > F_{0.05}(20,15) = 2.33$,说明方程在 0.05 水平是显著的,即试验数据与所采用的二次数学模型基本相符。

表 5 木质素含量回归方程方差分析
Tab.5 Variance analysis of ADL

来源	平方和	自由度	均方	F 值	临界值
回归	28.430	20	1.421 5	$F_2 = 2.62$	$F_{0.05}(20,15)$ = 2.33
剩余	8.151	15	0.543 4		
拟合	4.711	6	0.785 2	$F_1 = 2.05$	$F_{0.05}(6,9)$ = 3.37
误差	3.440	9	0.382 2		
总和	36.581	35			

2.3.3 单因素分析

同样的方法分析出挤压膨化工艺参数对木质素含量的影响规律,如图 3 所示。

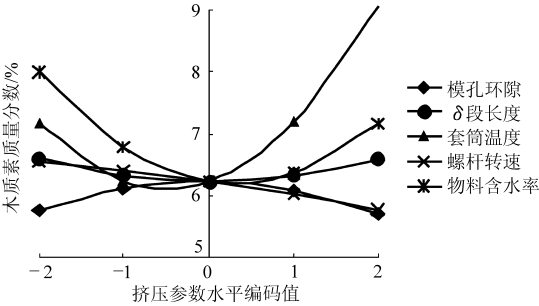


图 3 试验因素对木质素含量影响规律曲线
Fig.3 Relationship between ADL content and experimental factors

从图 3 可以看出,δ 段长度、模孔环隙、螺杆转速对酸性洗涤木质素含量影响不大。酸性洗涤木质素含量随套筒温度的增加先减少后增加,但总体影响不大。说明适宜的温度对减少木质素有利。酸性洗涤木质素含量随物料含水率的升高略有降低,总体影响不大。

2.4 膨化前后纤维质量分数对比分析

膨化前玉米秸秆的纤维质量分数分别为:中性洗涤纤维 76.84%,酸性洗涤纤维 42.72%,半纤维 34.12%,纤维素 33.41%,木质素 6.49%;还有残渣 9.3%,灰分 2.81%。

对照表 2 试验结果可知,纤维素质量分数有不同程度的升高,较其原样升高幅度最高是 15.05%;半纤维素都有不同程度的降低,较其原样降低幅度最高是 16.82%,木质素较其原样比总体变化不大。

通过分析可知,秸秆在挤压膨化过程中,秸秆在挤压腔内与螺杆、套筒及秸秆之间挤压、摩擦、剪切,产生的高温、高压,使秸秆细胞间及细胞壁内各层间

的木质素熔化,部分氢键断裂而吸水,木质素、纤维素、半纤维素发生高温水解,增加了可溶性成分,由此可以说明挤压膨化改善了玉米秸秆的理化性状。

2.5 验证结果分析

利用 Matlab 软件优化工具箱,采用线性加权多目标优化方法^[11],同时考虑纤维素和半纤维素,求得当模孔环隙 B 为 3.952 mm、 δ 段长度为 5 mm、套筒温度 T 为 120.8℃、螺杆转速 N 为 90 r/min、含水率 W 为 20% 时,统一目标函数值为 0.93。将最优解代入归一化前的各分目标函数,得到纤维素质量分数为 36.75%,半纤维素质量分数为 30.38%。

用优化的挤压参数(模孔环隙 B 为 4 mm、 δ 段长度为 5 mm、套筒温度 T 为 120℃、螺杆转速 N 为 90 r/min、含水率 W 为 20%)进行挤压验证试验,测得纤维质量分数分别为:中性洗涤纤维 75.11%,酸性洗涤纤维 43.28%,半纤维 31.83%,纤维素 35.11%,木质素 6.77%;其他:残渣 8.17%,灰分 1.40%。

由此可知,纤维素质量分数的误差 4.67%,半纤维素的误差为 4.55%,在允许的范围内,表明试验数据与回归方程所得数据基本相符。

3 结论

(1) 各因素对挤压膨化秸秆半纤维素的影响程度大小依次为物料含水率、套筒温度、螺杆转速、模孔环隙、 δ 段长度。物料含水率和套筒温度对挤压秸秆半纤维素影响最为显著。当套筒温度取 -2 水平时、物料的含水率取 2 水平时半纤维素的质量分数最高。套筒温度取 2 水平时、物料的含水率取 -2 水平时半纤维素的质量分数最低。

(2) 由各因素对挤压秸秆纤维素的影响程度按从大到小的顺序依次为:物料含水率、 δ 段长度、套筒温度、模孔环隙、螺杆转速。物料含水率、 δ 段长度对挤压秸秆纤维素的影响最为显著。当 δ 段长度、物料的含水率都取 -2 水平时、纤维素的质量分数最低。 δ 段长度、物料的含水率都取 -2 水平时纤维素的质量分数最高。

(3) 套筒温度和物料的含水率对挤压秸秆酸性洗涤木质素的影响最为显著,适宜的温度和含水率对减少酸性洗涤木质素有利。

(4) 经过优化分析及试验验证,得出最优参数组合为模孔环隙 B 为 4 mm、 δ 段长度为 5 mm、套筒温度 T 为 120℃、螺杆转速 N 为 90 r/min、含水率 W 为 20%,此结果能直接用于秸秆纤维生产酒精挤压膨化预处理工艺中。

参 考 文 献

- 1 张宇昊,王颀,张伟,等. 半纤维素发酵生产燃料乙醇的研究进展[J]. 酿酒科技,2004(5):72~74.
Zhang Yuhao, Wang Jie, Zhang Wei, et al. Research progress of hemicellulose fermentation to produce fuel alcohol[J]. Liquor-making Science & Technology,2004(5):72~74. (in Chinese)
- 2 柴梅,颜涌捷. 生物质生产燃料乙醇技术的研究[J]. 上海节能,2006(6):71~74.
Chai Mei, Yan Yongjie. Reserch on fuel ethanol from biomass[J]. Shanghai Energy Conservation,2006(6):71~74. (in Chinese)
- 3 杨喜爱,彭源德. 木糖乙醇发酵技术研究进展与前景[J]. 中国麻业科学,2006,32(5):262~266.
Yang Xiai, Peng Yuande. Progress and prospect of xylose—fermentation study[J]. Plant Fiber Sciences in China,2006,32(5):262~266. (in Chinese)
- 4 张祖立,朱永文,刘晓峰,等. 螺杆挤压膨化机加工农作物秸秆的试验研究[J]. 农业工程学报,2001,17(6):97~101.
Zhang Zuli, Zhu Yongwen, Liu Xiaofeng, et al. Experimental study on extruding crop straw by screw extruder[J]. Transactions of the CSAE, 2001,17(6):97~101. (in Chinese)
- 5 Ismail F A, Zahran G H. Studies on extrusion conditions of some cereals and legumes[J]. Egyptian Journal of Food Science, 2002, 30(1): 59~76.
- 6 Bruno de Cindio, Gabriele D, Pollini C M, et al. Filled snack production by co-extrusion-cooking effect of processing on cereal mixtures[J]. Journal of Food Engineering,2002, 54(1): 63~73.
- 7 赵凤芹,申德超,刘远洋,等. 挤压系统参数对秸秆挤压膨化机度电产量的影响[J]. 农机化研究,2006(6):160~163.
Zhao Fengqin, Shen Dechao, Liu Yuanyang, et al. The experimental study on influence regularity of extrusion parameter on per kW·h yield of extruder[J]. Journal of Agricultural Mechanization Research,2006(6):160~163. (in Chinese)
- 8 赵凤芹,申德超,刘远洋,等. 挤压膨化对玉米秸秆中粗纤维含量的影响[J]. 东北农业大学学报,2008, 39(3):105~109.
Zhao Fengqin, Shen Dechao, Liu Yuanyang, et al. The experimental study on the influence regularity of extruding-expanding on crude fibre content of corn straw[J]. Journal of Northeast Agricultural University,2008, 39(3):105~109. (in Chinese)
- 9 申德超,奚可畏,马成业. 低温挤压加酶脱胚玉米粉生产糖浆糖化试验[J]. 农业机械学报,2010,41(8):140~145.
Shen Dechao, Xi Kewei, Ma Chengye. Saccharifying experiment of degermed corn with added enzyme extruded at low temperature for production of corn syrup[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2010,41(8):140~145. (in Chinese)
- 10 徐中儒. 农业试验最优回归设计[M]. 哈尔滨:黑龙江科学技术出版社,1988.
- 11 张志涌. 精通 MATLAB6.5[M]. 北京:北京航空航天大学出版社,2003.

(上接第 121 页)

- 12 张海峰,程曙霞,何立群. 微探针法测量低温下生物材料导热系数研究[J]. 仪器仪表学报,2004, 25(2):53~56.
Zhang Haifeng, Cheng Shuxia, He Liqun. Study on a tiny probe for determining thermal conductivity of biomaterials in low temperature[J]. Chinese Journal of Scientific Instrument,2004,25(2):53~56. (in Chinese)
- 13 袁巧霞. 温度和含水率对土壤比热容影响的神经网络预测[J]. 农业机械学报,2008, 39(5):108~111.
Yuan Qiaoxia. Prediction for the effect of temperature and water content on the soil specific heat by BP neural network[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery,2008,39(5):108~111. (in Chinese)
- 14 徐旭,俞自涛,胡亚才,等. 木材导热系数非线性拟合的神经网络模型[J]. 浙江大学学报,2007, 41(7):1 201~1 204.
Xu Xu, Yu Zitao, Hu Yacai, et al. Nonlinear fitting calculation of wood thermal conductivity using neural networks[J]. Journal of Zhejiang University,2007, 41(7):1 201~1 204. (in Chinese)
- 15 陈则韶,葛新石,顾沁. 量热技术和热物性测量[M]. 北京:中国科学技术出版社,1990.