

Br 离子液体中微波辐射加热促进稻草秸秆酸水解制备还原糖

杨明妮, 柴连周, 毕先钧[※]

(云南师范大学化学化工学院, 昆明 650092)

摘要: 为了探讨微波辐射及离子液体对酸催化植物纤维素水解的促进作用, 以稻草秸秆为原料, 在[Bmim]Br 离子液体介质中, 用微波辐射加热促进纤维素的酸水解, 并对水解产物中的还原糖进行了测定。着重考察了微波辐射功率、微波辐射时间、硫酸浓度、反应温度等因素对还原糖收率的影响。结果表明, 在[Bmim]Br 离子液体介质中, 用微波辐射加热促进稻草酸水解制备还原糖的最佳条件是: 30.0 mL 质量分数为 10.0%的硫酸、[Bmim]Br 10.0 mL、微波辐射温度 85℃、微波辐射时间 45 min、微波辐射功率 500 W, 在此条件下还原糖的收率达到了 22.94%, 而常规酸水解得到的还原糖收率为 14.50%。显然, 在[Bmim]Br 离子液体介质中, 微波辐射加热促进稻草酸水解所得还原糖收率大于常规酸水解的所得还原糖收率。由此可知, 离子液体介质中, 微波辐射加热能够促进植物纤维素的酸水解, 并显著缩短糖化时间, 使得还原糖的收率提高。

关键词: 秸秆, 离子液体, 微波辐射, [Bmim]Br, 还原糖

doi: 10.3969/j.issn.1002-6819.2011.02.066

中图分类号: S216.2

文献标志码: A

文章编号: 1002-6819(2011)-02-00387-05

杨明妮, 柴连周, 毕先钧. Br 离子液体中微波辐射加热促进稻草秸秆酸水解制备还原糖[J]. 农业工程学报, 2011, 27(2): 387-391.

Yang Mingni, Chai Lianzhou, Bi Xianjun. Microwave irradiation promoting acid hydrolysis of straw pole into reducing sugar in ionic liquid Br[J]. Transactions of the CSAE, 2011, 27(2): 387-391. (in Chinese with English abstract)

0 引言

稻草是中国农作物秸秆主要废弃物之一, 约占全国年产秸秆总量的 40.0%。但随着能源问题的日益突出, 人们对可再生能源越来越重视, 加强对稻草这类可再生资源的利用研究具有重要的战略意义。将稻草水解糖化, 然后通过微生物发酵生产燃料乙醇或有机酸被认为是有效利用稻草的途径之一^[1]。纤维素的化学转化技术就是通过加热法促进其在酸性催化剂中的水解^[2-3], 但纤维素具有较高的结晶度和分子间与分子内存在大量的氢键, 使其难溶于水及普通有机溶剂, 已成为纤维素开发应用的最大障碍。微波加热技术应用于纤维素的酸水解中能加速水解反应速率^[4], 缩短水解反应时间^[5], 提高水解后的还原糖收率^[6-8]。室温离子液体是一种极具有应用价值的绿色环保溶剂, 近几年来开始应用于纤维素的溶解或酸水解研究中^[9-12]。离子液体作为一种特殊的溶剂, 也能与微波场产生相互作用。在微波辐射加热的情况下, 由于离子液体具有较大的咪唑基或吡啶基阳离子, 其高的离子传导性和极性使之具有较高的微波吸收率, 从而明显地缩短了反应时间。迄今为止, 还未见将微波辐射加热与离子液体的优点相结合, 在离子液体介质中用微波辐

射加热促进纤维素的水解相关研究报道。因此, 本文尝试在微波辐射加热的条件下, 以离子液体 1-丁基-3-甲基咪唑溴盐 ([Bmim] Br) 为反应的介质, 进行稻草秸秆的酸水解, 主要考察了微波辐射功率、辐射时间、反应温度、离子液体用量、硫酸质量分数等因素对稻草水解情况的影响, 得到了稻草秸秆水解的最佳反应条件, 为充分利用农作物秸秆提供新的思路和方法。

1 材料与方法

1.1 原料、试剂和仪器

试剂与原料: N-甲基咪唑、溴代正丁烷、氢氧化钠、苯酚、硫酸钠、酒石酸钾钠, 均为分析纯; 硝基水杨酸为化学纯; 硫酸 (重庆川东化工有限公司); 稻草秸秆取自广东省湛江市后田村稻田。

仪器: XH-200A 型电脑微波固液相合成/萃取仪 (北京祥鹤科技发展有限公司)、722N 型可见分光光度计 (上海精密科学仪器有限公司)、DZF-型真空干燥箱 (上海一恒科技有限公司)、SC-04 低速离心机 (安徽中科中佳科学仪器有限公司)、Ten Sor27 型红外光谱仪 (德国 Bruker)、L/L-S 型电子天平 (瑞士)、RE52-99 型旋转蒸发仪 (上海亚荣生化仪器厂)。

1.2 稻草秸秆的预处理

稻草秸秆洗净、凉 (晾) 干、粉碎 (碎)、过 40~80 目筛, 置于 80℃ 真空干燥箱干燥 4 h 后, 放在干燥器中备用。

1.3 [Bmim]Br 离子液体的制备

在 250 mL 三角烧瓶中, 加入 8.0 mL (约 0.1 mol) N-甲基咪唑, 将其放入微波萃取仪中, 并接上冷凝管回

收稿日期: 2010-07-03 修订日期: 2011-01-30

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (20663007)

作者简介: 杨明妮 (1981-), 女, 广东省湛江市人, 研究方向为催化化学。

昆明 云南师范大学化学化工学院, 650092. Email: tzfd111333@163.com

※通信作者: 毕先钧 (1963-), 男, 云南省威信县人, 教授, 博士, 主要

从事物理化学的教学和科研工作。昆明 云南师范大学化学化工学院,

650092. Email: bixj159@yahoo.com.cn

流与磁力搅拌装置, 设置微波萃取仪参数为: 反应时间 2 h、反应温度 80℃、微波功率 500 W。待微波炉的温度升到设定温度时, 将 10.8 mL (0.1 mol) 溴代正丁烷缓慢的加入三角烧瓶中, 搅拌反应结束后, 得到蜡黄色黏稠液体。冷却后分别用 10.0 mL 乙酸乙酯洗涤 3 次, 再在 80℃ 下旋转蒸出去残留的乙酸乙酯和未反应的物质, 得到浅黄色的咪唑盐。

1.4 稻草酸水解

1.4.1 常规稻草酸水解

准确称取 1.00 g 稻草秸秆颗粒于 250 mL 三角烧瓶中, 并分别加入 30.0 mL 10.0% 的硫酸和 10.0 mL [Bmim]Br 离子液体后, 将其放入恒温油浴锅内, 并接上回流冷凝管及磁力搅拌装置, 反应温度 85℃、反应时间 45 min, 待反应完成后, 溶液冷却至室温, 真空抽滤后得水解液, 再用一定量的浓度为 2.0 mol/L 的 NaOH 溶液将水解液中和至 pH 值约为 7, 经定容后离心 30 min, 检测其还原糖含量。

1.4.2 微波辐射加热稻草酸水解

准确称取 1.00 g 稻草秸秆颗粒于 250 mL 三角烧瓶中, 并分别加入 30.0 mL 一定质量分数的硫酸和 10.0 mL [Bmim]Br 离子液体, 将三角烧瓶放入微波萃取仪中并接上回流冷凝管及磁力搅拌装置, 设定微波萃取仪的功率、温度和时间后进行反应; 待反应完成后, 溶液冷却至室温, 真空抽滤后得水解液, 再用一定量的浓度为 2.0 mol/L 的 NaOH 溶液将水解液中和至 pH 值约为 7, 经定容后离心 30 min, 检测其还原糖含量。

1.4.3 [Bmim]Br 离子液体中微波辐射加热稻草酸水解

准确称取 1.00 g 稻草秸秆颗粒于 250 mL 三角烧瓶中, 并分别加入 20.0 mL 20.0% 的硫酸和不同体积 [Bmim]Br 离子液体 (体积分别为 0、2.5、5.0、10.0、15.0、20.0 mL) 及相应的去离子水 (体积分别为 20.0、17.5、15.0、10.0、5.0、0 mL), 始终保持体系的总体积为 40.0 mL。然后将三角烧瓶放入微波萃取仪中并接上回流冷凝管及磁力搅拌装置, 设定微波功率为 500 W、反应温度为 80℃、反应时间为 1 h; 待反应完成后, 溶液冷却至室温, 真空抽滤后得水解液, 再用一定量的浓度为 2.0 mol/L 的 NaOH 溶液将水解液中和至 pH 值约为 7, 经定容后离心 30 min, 检测其还原糖含量。

1.5 还原糖收率的计算

本试验中的还原糖收率采用 3,5-二硝基水杨酸 (DNS) 比色法^[13]来测定, 还原糖收率按下式计算 (式中 0.9 为校正系数, 这是由于以葡萄糖为标准样品时, 而实际产物中糖种类较多, 因而以系数 0.9 修正可得到还原糖浓度^[13]):

$$\text{还原糖收率}(\%) = \frac{\text{测得水解后还原糖毫克数} \times \text{稀释倍数}}{\text{样品毫克数}} \times 0.9 \times 100\%$$

2 结果与讨论

2.1 [Bmim]Br 用量对稻草酸水解制备还原糖的影响

在 20.0% (10.0%) (质量分数) 硫酸加入量为 20.0 mL、

微波辐射功率为 500 W、微波辐射时间为 60 min、辐射温度 80℃ 的条件下, 考察 [Bmim]Br 离子液体用量对稻草水解情况的影响, 结果如图 1 所示。

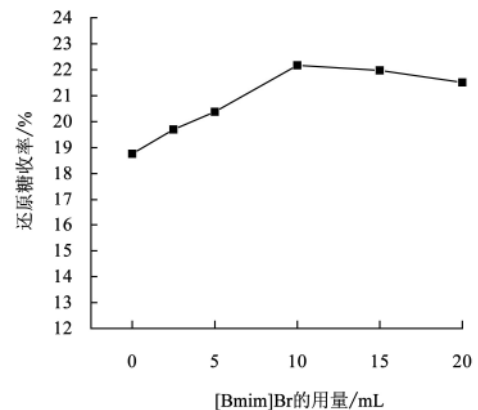


图 1 [Bmim]Br 用量对稻草酸水解制备还原糖的影响
Fig.1 Effect of [Bmim]Br volume on acid hydrolysis of straw into reducing sugar

由图 1 可知, 随着离子液体用量的增加, 稻草水解所得还原糖收率在 [Bmim]Br 用量为 10.0 mL 时达到极大值 22.17%, 这可能是由于 [Bmim]Br 中溴离子与纤维素上的羟基形成了络合物, 从而破坏了纤维素之间的氢键, 加速了纤维素的溶解, 导致纤维素水解及糖化速率的提高。当 [Bmim]Br 用量大于 10.0 mL 时, 还原糖收率略有下降。这可能是由于离子液体的用量过高时, 有部分纤维素被离子液体所包裹起来, 降低了纤维素与酸溶液的接触, 从而减小了纤维素的水解及糖化速率。由此可确定 [Bmim]Br 离子液体的较佳用量为 10.0 mL。

2.2 微波加热温度对稻草酸水解制备还原糖的影响

在 [Bmim]Br 离子液体用量为 10.0 mL、质量分数为 10.0% 的硫酸 30.0 mL、微波辐射功率为 500 W、微波辐射时间为 60 min 的条件下, 考察微波加热温度对稻草酸水解制备还原糖的影响, 其结果如图 2 所示。由图 2 可知, 还原糖收率随着反应温度的升高而增大, 当反应温度在 60℃ 至 85℃ 范围内还原糖收率发生突跃式的升高, 当反应温度为 80℃ 时还原糖收率达到 20.62%; 反应温度为 85℃ 时还原糖收率达到 23.04%, 但当反应温度高于

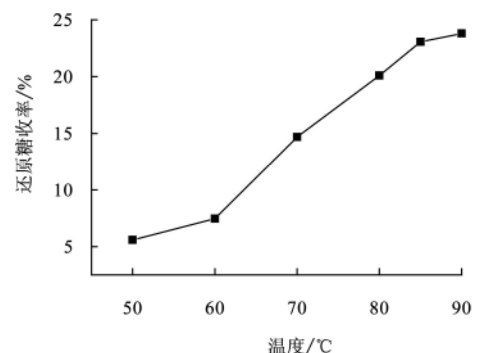


图 2 微波加热温度对稻草酸水解制备还原糖的影响
Fig.2 Effect of microwave heating temperature on acid hydrolysis of straw into reducing sugar

85℃后还原糖收率升高的趋势变得较为缓慢。可能的原因是在离子液体与酸的混合溶液中, 温度比较低时溶液的黏度较大, 流动性较差, 不利于离子液体的扩散, 从而影响纤维素的溶解与水解速率。随着反应温度的升高, 有利于离子液体的扩散, 从而促进纤维素在离子液体中的溶解, 提高了水解的速率。但当温度升为 90℃时, 还原糖收率升高的趋势变得较为缓慢, 所得水解液变成褐色, 而且部分稻草秸秆发生碳化现象, 这可能是因为温度过高时, 葡萄糖会发生降解反应, 致使部分单糖被进一步降解为糖醛、羟甲基糖醛等产物^[14]。由此可确定稻草水解的最较佳反应温度为 85℃。

2.3 硫酸浓度对稻草酸水解制备还原糖的影响

在[Bmim]Br 离子液体用量为 10.0 mL、硫酸加入量为 30.0 mL、微波辐射功率为 500 W、微波加热温度为 85℃、辐射时间为 60 min 条件下, 考察硫酸浓度对稻草酸水解制备还原糖的影响, 结果见图 3 所示。

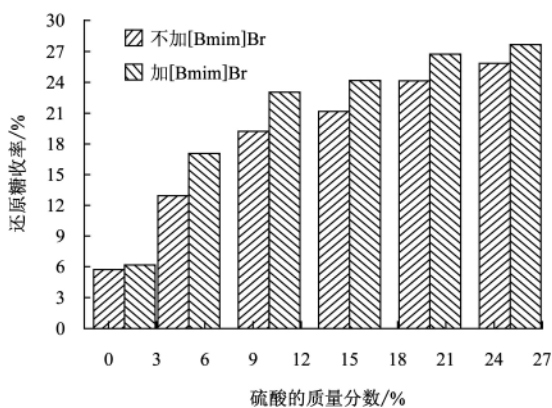


图 3 硫酸浓度对稻草酸水解制备还原糖的影响

Fig.3 Effect of sulfuric acid concentration on acid hydrolysis of straw into reducing sugar

由图 3 可知, 还原糖的收率随硫酸浓度的增大而逐步升高, 当硫酸质量分数为 10.0%时还原糖收率达到 23.04%; 而当硫酸质量分数为 15.0%时还原糖收率达到 24.18%, 但当硫酸质量分数大于 15.0%时, 还原糖收率随着硫酸浓度增大而升高的趋势变得较为缓慢。可能的原因是在反应过程中随着硫酸浓度的增大, 氢离子的含量随之升高, 其攻击半纤维素长链的机会就增多, 从而有利于水解反应的进行^[15]。但是当硫酸浓度太高时, 还原糖的降解速率也随之增大, 消耗了反应所生成的部分还原糖, 使得还原糖收率增大的幅度变小。该图还给出了不加[Bmim]Br 离子液体时硫酸浓度对还原糖收率的影响, 由图可以看出, 当硫酸浓度比较小或比较高时, 离子液体作用比较小。此外, 在实际生产过程中, 随着硫酸浓度的增加, 其产生的腐蚀现象就越来越严重, 这对设备的要求也就越来越高, 并且带来对水解产物中酸的分离回收成本也随之增大。因此, 综合考虑各种因素带来的影响, 可确定稻草秸秆的酸水解过程中, 应控制硫酸的质量分数范围为 10.0%~15.0%。

2.4 微波辐射时间对稻草酸水解制备还(原)糖的影响

在[Bmim]Br 离子液体用量为 10.0 mL、硫酸加入量

为 30.0 mL、微波辐射功率为 500 W、加热温度为 85℃的条件下, 考察微波辐射时间对稻草酸水解制备还原糖的影响, 结果如图 4 所示。

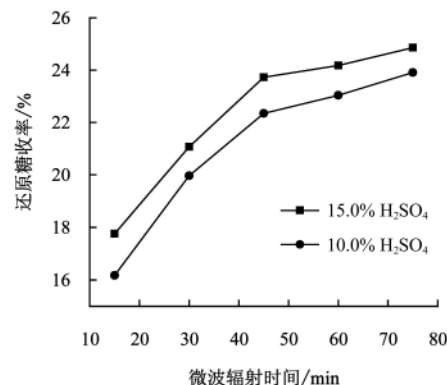


图 4 微波辐射时间对稻草酸水解制备还原糖的影响

Fig.4 Effect of microwave irradiation time on acid hydrolysis of straw into reducing sugar

由图 4 可知, 还原糖收率随着微波辐射时间的延长而逐渐增大, 当微波辐射时间为 45 min 时, 还原糖收率达到 22.94%, 但当辐射时间超过 45 min 时, 还原糖收率随着微波辐射时间的延长而升高的趋势变得较为缓慢, 当温度(辐射时间)为 60 min 时, 还原糖收率达到 23.04%。可能的原因是当水解时间太长时, 纤维素的降解速率大于其水解速率, 生成的一部分单糖被进一步降解为糖醛、羟甲基糖醛等产物; 而另一部分单糖又缩合生成多糖, 从而影响了还原糖的收率, 所以微波辐射加热时间应该控制在 45~60 min 范围内。该图中还给出了硫酸浓度对还原糖收率的影响。显然, 对于质量分数分别为 10.0%和 15.0%的硫酸来说, 在相同辐射时间条件下, 后者的还原糖收率总是高于前者的还原糖收率, 这进一步说明还原糖收率随着硫酸浓度的增加而增大。

2.5 微波辐射功率对稻草酸水解制备还原糖的影响

在离子液体用量为 10.0 mL、质量分数为 10.0%的硫酸 30.0 mL、微波辐射时间为 45 min、加热温度为 85℃的条件下, 考察微波辐射功率对稻草酸水解制备还原糖的影响, 其结果如图 5 所示。由图 5 可知, 微波辐射功率对稻草酸水解制备还原糖的影响较小, 还原糖收率随着微波辐射功率的增大而略有增加, 其增加的幅度较小。当微波辐射功率为 500 W 时, 还原糖收率为 22.94%; 当微波辐射功率为 600 W 时, 还原糖收率达到 23.18%。可能是因为微波功率过高时, 则容易使中间产物低聚糖直接降解为副产物, 同时还加速了还原糖的分解。考虑到能量的损耗和经济成本等因素, 微波辐射功率可控制为 500~600 W。

2.6 微波辐射加热和常规加热条件下稻草酸水解制备还原糖的比较

在反应温度为 85℃、反应时间为 45 min 的条件下, 用质量分数为 10.0%的硫酸 30.0 mL 和 10.0 mL[Bmim]Br 离子液体作为反应的介质, 考察微波辐射加热和常规加热两种方式下稻草酸水解制备还原糖的收率情况, 所得结

果如图6所示。

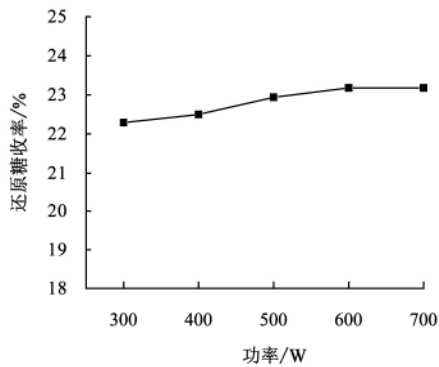


图5 微波辐射功率对稻草酸水解制备还原糖的影响
Fig.5 Effect of microwave power on acid hydrolysis of straw into reducing sugar

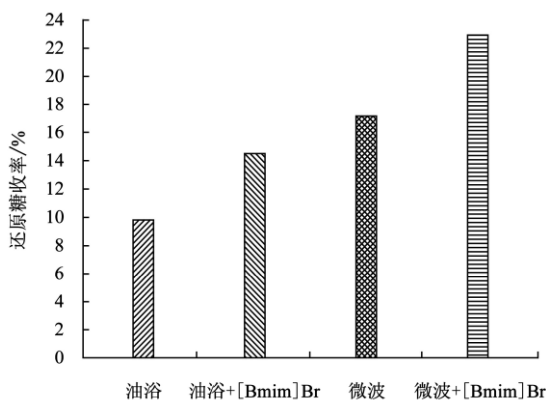


图6 微波辐射和常规加热条件下稻草酸水解制备还原糖的比较
Fig.6 Comparison on acid hydrolysis of straw into reducing sugar between microwave heating and conventional heating

由图6可知,在没有[Bmim]Br离子液体的反应体系中,常规加热水解所得到的还原糖收率为9.82%,而相同条件下微波辐射加热所得到的还原糖收率为17.19%。若保持反应体系的总体积不变,在反应体系中添加10.0 mL [Bmim]Br离子液体作介质,继续考察稻草的水解情况,发现在添加离子液体的情况下,无论是常规加热还是微波辐射加热方式,所得到的还原糖收率均有明显的增加,其还原糖收率分别达到14.50%和22.94%。其可能的原因是由于纤维素是具有极高结晶度的高分子材料,有很强的分子内和分子间氢键,很难溶于水和其他有机溶剂中,加入了[Bmim]Br离子液体,使得离子液体中溴离子与纤维素上羟基形成了络合物,以破坏了纤维素之间的氢键,同时破坏了纤维素的分子链,使分子链产生一定程度的断裂,造成纤维素聚合度下降,使得纤维素更易于溶解。由图6还可以看出,与常规酸水解结果相比较,采用微波辐射加热水解所得到的还原糖收率明显增大(常规条件下为14.50%,而微波辐射加热条件下为22.94%)。其可能的原因是在微波辐射加热条件下,反应物质的分子急剧振动,摩擦产生热效应,电场能量深入到物质内部,直接作用于反应物分子,微波能转化为反应物内的能量进行加热,使反应物温度迅速升高^[16],反应速率加快,达到反应温度所需要的时间缩短,强化了纤维素及其降

解中间产物低聚糖的水解,离子液体中离子的热运动也会随之加剧,这更有利于纤维素分子链相互接触作用,提高糖化速率。由此可见,在离子液体介质中用微波辐射加热促进纤维素酸水解制备还原糖是一种行之有效的方法。

3 结论

1) 在[Bmim]Br离子液体介质中,用微波辐射加热促进稻草酸水解制备还原糖的较佳条件是:30.0 mL 质量分数为10.0%的硫酸、[Bmim]Br 10.0 mL、微波辐射温度85℃、微波辐射时间45 min、微波辐射功率500 W,在此条件下还原糖的收率达到22.94%。

2) [Bmim]Br离子液体中,微波辐射加热能够促进硫酸催化稻草秸秆水解糖化,与常规酸水解糖化相比,微波辐射加热可显著缩短水解糖化的时间,加快水解的速度,提高还原糖的收率,并且具有设备简单,操作方便,处理时间短,环境友好等优点。

3) 离子液体作为纤维素的一种良好溶剂,可以最大限度地保留纤维素的特性,且离子液体的存在,减少了稻草的炭化损失,增加了酸与秸秆纤维素的接触面积,从而提高了还原糖的收率。

[参考文献]

- [1] Sun Ye, Cheng Jiayang. Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: A review[J]. *Bioresource Technology*, 2002, 83(1): 1-11.
- [2] 卫民,陈玉平,杨德琴,等.玉米秸秆稀硫酸水解研究[J].*生物质化学工程*, 2007, 41(5): 36-38.
Wei Min, Chen Yuping, Yang Deqin, et al. Study on hydrolysis of corn stalks using dilute sulfuric acid[J]. *Biomass Chemical Engineering*, 2007, 41(5): 36-38. (in Chinese with English abstract)
- [3] 刘天成,卫民,蒋剑春.玉米秸秆水解及水解液的净化处理[J].*生物质化学工程*, 2009, 43(4): 43-47.
Liu Tiancheng, Wei Min, Jiang Jianchun. Hydrolysis of corn stalks and hydrolysate refining[J]. *Biomass Chemical Engineering*, 2009, 43(4): 43-47. (in Chinese with English abstract)
- [4] 刘龙飞,邱竹,徐玉梅.微波辐射下盐酸催化纤维素水解研究[J].*化工技术与开发*, 2009, 38(3): 13-16.
Liu Longfei, Qiu Zhu, Xu Yumei. Hydrolysis of cellulose with hydrochloric acid as catalyst under microwave irradiation[J]. *Technology and Development of Chemical Industry*, 2009, 38(3): 13-16. (in Chinese with English abstract)
- [5] 李静,杨红霞,杨勇,等.微波强化酸预处理玉米秆乙醇化工研究[J].*农业工程学报*, 2007, 23(6): 199-202.
Li Jing, Yang Hongxia, Yang Yong, et al. Acid-pretreatment of maize by microwave-acceleration stalk in ethonalization process[J]. *Transactions of the CSAE*, 2007, 23(6): 199-202. (in Chinese with English abstract)
- [6] 龚妍,尹笃林,李慧,等.微波辐射对硫酸催化稻草水解的促进作用[J].*生物质化学工程*, 2009, 43(3): 5-8.

- Gong Yan, Yin Dulin, Li Hui, et al. Enhancement of sulfuric acid catalytic hydrolysis of rice straw by microwave irradiation[J]. *Biomass Chemical Engineering*, 2009, 43(3): 5–8. (in Chinese with English abstract)
- [7] Orozco A, Ahmad M, Rooney D, et al. Dilute acid hydrolysis of cellulose and cellulosic bio-waste using a microwave reactor system[J]. *Process Safety and Environmental Protection*, 2007, 85(B5): 446–449.
- [8] 蒋闻, 李十中, 王二强, 等. 微波辐照玉米芯水解制取木糖的研究[J]. *太阳能学报*, 2008, 29(8): 1045–1050.
- Jiang Wen, Li Shizhong, Wang Erqiang, et al. Research on xylose preparation from corncob hydrolysis by microwave irradiation[J]. *Acta Energetica Solaris Sinica*, 2008, 29(8): 1045–1050. (in Chinese with English abstract)
- [9] Swatoski R P, Spear S K, Holbrey J D, et al. Dissolution of cellulose with ionic liquids[J]. *Journal of the American Chem. Soc*, 2002, 124(18): 4974–4975.
- [10] Leipner H, Fischer S, Brendler E, et al. Structural changes of cellulose dissolved in molten salt hydrates[J]. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 2000, 1(15): 2041–2049.
- [11] 罗慧谋, 李毅群, 周长忍. 功能化离子液体对纤维素的溶解性能研究[J]. *高分子材料科学与工程*, 2005, 20(2): 233–235.
- Lou Huimei, Li Yiqun, Zhou Zhangren. Study on the dissolubility of the cellulose in the functionalized ionic liquid[J]. *Polymer Materials Science and Engineering*, 2005, 20(2): 233–235. (in Chinese with English abstract)
- [12] 姜锋, 马丁, 包信和. 酸性离子液中纤维素的水解[J]. *催化学报*, 2009, 30(4): 279–283.
- Jiang Feng, Ma Ding, Bao Xinhe. Acid ionic liquid catalyzed hydrolysis of cellulose[J]. *Chinese Journal of Catalysis*, 2009, 30(4): 279–283. (in Chinese with English abstract)
- [13] 孙伟伟, 曹维强, 王静. DNS 法测定玉米秸秆中总糖[J]. *食品研究与开发*, 2006, 127(6): 120–123.
- Sun Weiwei, Cao Weiqiang, Wang Jing. Colorimetric determination of water-soluble total sugar in corn stalk with 3,5-dinitrosalicylic acid[J]. *Food Research and Development*, 2006, 127(6): 120–123. (in Chinese with English abstract)
- [14] Leipner H, Fischer S, Brendler E, et al. Structural changes of cellulose dissolved in molten salt hydrates[J]. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 2000, 201(15): 2041–2049.
- [15] 梁莹. 玉米秸秆稀硫酸预处理工艺研究[D]. 天津: 天津大学化工学院, 2007.
- Liang Ying. Study of Dilute Sulfuric Acid Pretreatment of Corn Stover[D]. Tianjin: Institute of Chemistry and Chemical Engineering, Tianjin University, 2007. (in Chinese with English abstract)
- [16] 卢凯. 微波的原理及特点[J]. *农业机械化与电气化*, 2007(1): 61–62.
- Lu Kai. Principle and characteristics of microwave[J]. *Agricultural Mechanization and Electrification*, 2007(1): 61–62. (in Chinese with English abstract)

Microwave irradiation promoting acid hydrolysis of straw pole into reducing sugar in ionic liquid Br

Yang Mingni, Chai Lianzhou, Bi Xianjun^{*}

(*Institute of Chemistry and Chemical Engineering, Yunnan Normal University, Kunming 650092, China*)

Abstract: In order to study the enhancement of acid hydrolysis process of plant fiber in [Bmim]Br ionic liquid medium by the microwave irradiation heating, the microwave irradiation promoting acid hydrolysis of straw pole and preparation the reducing sugar were determined with the [Bmim]Br ionic liquid as reactive medium in this paper. The influences of ionic liquid volume, microwave power, irradiation time, sulfuric acid concentration, reaction temperature on yield of reducing sugar with acid hydrolysis of straw pole were mainly tested. The results indicated that the best condition of acid hydrolysis of straw pole into reducing sugar in microwave irradiating was 10.0% H₂SO₄30.0 mL, [Bmim]Br 10.0 mL, reactive temperature 85°C, irradiation time 45 min, microwave power 500 W, and the yield ratio of reducing sugar reached 22.94% at the best condition, but the yield ratio of reducing sugar at the conventional acid hydrolysis was only 14.50%. It is clear that the yield ratio of reducing sugar in the straw pole by microwave irradiation promoting acid hydrolysis was higher than the yield ratio of reducing sugar by the conventional acid hydrolysis. So the microwave radiation could promote acid hydrolysis of plant fiber and significantly shorten the time of saccharification and raise the yield ratio of reducing sugar in the ionic liquid medium.

Key words: straw, ionic liquids, microwave irradiation, [Bmim]Br, reducing sugar