

新型爆破技术 ICSE 对青贮玉米秸秆物理特性的影响

马 鹏¹, 冯 冲¹, 刘会丽², 赵国欣¹, 于政道³

(1. 郑州工程技术学院中原研究院, 郑州 450044; 2. 郑州师范学院生命科学学院, 郑州 450044;
3. 河南农业大学教学科研基地, 郑州 450002)

摘 要: 通过对比研究瞬时弹射式蒸汽爆破(ICSE)与热喷放、碱处理堆沤2种预处理方式,探索 ICSE 预处理对青贮玉米秸秆物理特性影响,并对固体表面自由能、沉降特性、比表面积、孔径分布进行分析。固体表面自由能实验表明:ICSE 预处理后的青贮玉米秸秆固体表面自由能可达 71.1 mJ/m^2 ,较热喷放、碱堆沤2种预处理方式分别高出 20.3%和 25.7%,亲水指数达 $10.1 \text{ mJ}^{1/2}/\text{m}$,分别高出 125.8%和 177.0%。物料沉降特性实验表明:ICSE 沉降比最大为 1:1,其次为热喷放 0.6:1,最后为碱堆沤 0.3:1。比表面积及孔径分布实验表明:ICSE 试样比表面积达 $3.5 \text{ m}^2/\text{g}$,相比热喷放提高 57.4%,相比碱处理堆沤提高 263.0%,孔径孔容分布扩大。实验结果表明,ICSE 能有效提高物料的固体表面自由能和亲水指数,增大生物质比表面积和与水溶液的混溶性,ICSE 技术展现出相对于其他预处理技术的优越性。

关键词: 表面自由能; 比表面积; 沉降特性; 物理特性; 瞬时弹射式蒸汽爆破; 青贮玉米秸秆

中图分类号: TK6; S216.2 **文献标识码:** A

0 引 言

蒸汽爆破最早被应用于人造纤维板的加工行业。在近几十年的生物质转化研究中被发现并作为一种水解预处理技术,可有效增加酶解可及度并使纤维素降解为小分子^[1]。蒸汽爆破一般的处理过程为:先把物料装填入一个压力容器中,通入高温高压蒸汽并保持数分钟,最后以极短的时间将蒸汽与物料一同释放出来。由于汽爆系统能耗及运行成本较高,严重制约了汽爆技术的普及应用,因此要提高汽爆系统的经济技术效益,就必须缩短保压时间、加快处理效率,对汽爆技术加以改进创新。本文采用实验室研发的瞬时弹射式蒸汽爆破(ICSE)处理青贮玉米秸秆,通过比较 ICSE 与其他方式预处理后的生物质的物理形态特性和内部结构,了解蒸汽爆破的效果。特别是研究预处理后生物质与水接触的特性,包括水中的沉降特性、固体表面自由能、亲水/疏水性、比表面积等,能反映出生物质在水解发酵中与各类微生物、酶的可及性,从物理角度反映生物质的降解潜质。

1 材料与方 法

1.1 材 料

青贮玉米秸秆(来自郑州郊区,在秸秆叶青绿条件下,含水率在 50%以内,粉碎成 2~4 cm 长段),原料样品均标记为 A 样品。

1.2 ICSE 预处理

采用 QBS-80B 型汽爆工艺试验台(郑州工程技术学院生物质高值利用研发中心),爆破参数包括蒸汽压力与保压时间。其中 ICSE 工艺选取 2.4 MPa/140 s,热喷放工艺选用相同参数。

该实验的蒸汽爆破设备的主要结构参数如下:加热装置由 2 台 5.4 kW 的液化气燃烧器组成;蒸汽发生器由 2 个钢制容积 25 L 加热釜构成,蒸汽发生器工作压力上限为 4.5 MPa,上限加热温度为 265 ℃,气源接口规格 G1/4;蒸汽爆破腔体采用 2Cr13 不锈钢,容积为 405 mL;操作气源的压力为 0.8 MPa,流量为 $0.1 \text{ m}^3/\text{min}$;设备的外形尺寸为 1360 mm×1360 mm×1749 mm;设备净重为 657 kg。

收稿日期: 2016-11-03

基金项目: 国家能源局能源领域行业标准制定资助项目(能源 20120053); 2017 年河南省政府决策招标课题(2017B229)

通信作者: 于政道(1977—),男,博士、高级工程师,主要从事生物能源与环境工程研究与管理。chongf2004@163.com

处理后样品均标记为 B 样品。

1.3 热喷放预处理

仍采用 QBS-80B 型汽爆工艺试验台,热喷放的蒸汽压力与保压时间与 ICSE 对照组保持一致。保压结束时,打开实验台的旁路气阀,控制开阀角度,在 5~10 s 内逐渐泄放掉蒸汽压力。泄压结束后打开加料盖,从处理腔中取出物料并在空气中冷却至常温。处理后样品均标记为 C 样品。

1.4 碱堆沤预处理

按质量比 2% 的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 与 2~4 cm 青贮玉米秸秆段充分搅拌。具体每批制作方法:取 10 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 放入 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水搅拌均匀。然后将其倒入 500 g 青贮玉米秸秆中充分混匀,放入塑料袋中,在室温 25 ℃ 下每隔 4 小时混拌一次,放置超过 72 h。处理后样品均标记为 D 样品。

1.5 固体表面自由能实验

该实验的目的在于定量测定生物质在不同预处理方式后其表面能特性发生的变化,以亲水指数为指标判断生物质与水的亲水特性,对比不同预处理方式的处理效果。采用接触角测量法测量预处理前后青贮玉米秸秆的表面能参数,具体步骤:1) 样品制备取烘干至恒重的待测样品 5 g,粉碎后过 60 目筛,在模具内将粉末压制成面积大于 20 mm×20 mm 的平板。制备过程中严格避免与其他固液体物质发生接触污染。2) 接触角测量采用德国 KRUSS 公司生产的 DSA100 型接触角测量仪测量液体在固体表面上的接触角。操作测量时,用微量进样器(1.0 mL)将检测液体在距固体表面约 3 mm 处垂直、较慢地滴加在固体表面,形成座滴,液滴体积 3~5 μL ,直径为 1~2 mm,测量时间不超过 1 min,取 10 次(每次间隔 2 s)接触角的平均值为该座滴的接触角,取 10 个座滴的接触角平均值为该液体在该表面的接触角。所进行测量操作均在室温(25 ℃)下进行。3) 表面能计算方法固体表面自由能、液体表面能与二者间平衡接触角的关系如式(1)所示:

$$(\gamma_L^{\text{LW}} + 2\sqrt{\gamma_L^+ \gamma_L^-})(1 - \cos \theta) = 2\left(\sqrt{\gamma_s^{\text{LW}} \gamma_L^{\text{LW}}} + \sqrt{\gamma_s^+ \gamma_L^-} + \sqrt{\gamma_s^- \gamma_L^+}\right) \quad (1)$$

式中, γ_L^{LW} ——Lifshitz-范德华分量。

依据式(1)测定出固体表面与已知 γ_L^{LW} 、 γ_L^+ 和 γ_L^- 的 3 种液体之间的接触角 θ ,就可得到固体表面自由能参数 γ_s^{LW} 、 γ_s^+ 、 γ_s^- 。

根据溶液的极性划分,选用水-甘油-二碘甲烷、水-甲酰胺-二碘甲烷、水-乙二醇-二碘甲烷这 3 种方案中的任意 1 种组合均可较好反映聚合物的表面特征^[2-8]。选用水-甘油-二碘甲烷作为测定固体表面自由能的 3 种液体。其标准品的表面能参数见表 1。

表 1 检测液体的表面能参数 γ

Table 1 Surface free energy parameters of test liquids γ

检测液体	γ_L^{LW}	γ_L^+	γ_L^-	mJ/m ²
二次蒸馏水	72.8	21.8	25.5	25.5
二碘甲烷	50.8	50.8	0	0
甘油	64	34	3.92	57.4

1.6 沉降特性实验

该实验目的在于定量测定生物质在不同预处理方式后在水中的沉降特性变化,以沉降比为指标判断生物质与水的混溶特性。具体步骤:1) 称量处理好的物料样品 300~500 g,分别放入 20 L 清水的塑料桶中,搅拌,使其与水充分接触。静置约 30 min。2) 将漂浮物料收集,在纱布上 5 min,进行称量 M_1 。3) 将沉降或悬浮物料收集,在纱布上 5 min,进行称量 M_2 。计算方法:沉降比= $M_2/(M_1+M_2)$ 。

1.7 比表面积及孔径分布实验

该实验的目的在于定量测定生物质在不同预处理方式后其微观表面面积特性变化,以比表面积为指标判断生物质与微生物、酶的可及性,并通过微孔分布情况来评价不同预处理方式的处理效果优劣。采用低温(77 K)氮气吸附法测量预处理前后青贮玉米秸秆的比表面积及孔径分布参数,按以下步骤进行:1) 样品制备取烘干至恒重的待测样品 1 g,粉碎后过 60 目筛。制备过程中严格避免与其他固液体物质发生接触污染。2) 比表面积及孔径分布测量采用 Micromeritics 公司生产的 ASAP2020 M+C 物理吸附仪测量样品的比表面积。采用方法标准为 GB/T 19587—2004《气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积》。3) 比表面积计算方法当采用氮气做为吸附气体时,其分子横断面积在

77 K 温度下为 0.162 nm^2 。可按式(2)和式(3)计算固体物质的比表面积:

$$s_w = \frac{4.35V_m}{m} \quad (2)$$

$$s_v = s_w \rho \quad (3)$$

式中, S_w ——质量比表面积, m^2/g ; S_v ——体积比表面积, m^2/m^3 ; m ——试样质量, g ; V_m ——单层吸附体积(标准态), cm^3 ; ρ ——有效密度, g/cm^3 。

1.8 显微观察实验

判断生物质的微观结构特性,对比不同预处理方式对生物质微观结构的作用程度。实验采用冷场发射扫描电镜(SEM,日立电子株式会社 Hitachi S4800),加速电压为 $5\sim 10 \text{ kV}$ 。具体方法是将待观察试样粉碎至 60 目,在 105°C 的恒温干燥箱中至恒重,然后将观测样品进行镀金处理,最后置于扫描电镜下分析。

2 结果与分析

2.1 固体表面自由能

在木质纤维素的水解发酵过程中,其固体表面的润湿性即亲水/疏水性质起到重要作用,并会直接影响微生物及酶的可及性以及物料的沉降特性。固体表面的亲水/疏水性质由表面的化学组成和微观几何结构共同决定,与固体表面的自由能密切相关^[9]。Van Oss 等^[10,11]提出表面能 γ 由 Lifshitz-范德华分量 γ^{LW} 和 Lewis 酸-碱分量 γ^{AB} 组成。依据 Young 方程,可得出式(4):

$$\gamma = \gamma^{\text{LW}} + \gamma^{\text{AB}} = \gamma^{\text{LW}} + 2\sqrt{\gamma^+ \gamma^-} \quad (4)$$

式中, γ^+ ——Lewis 酸分量; γ^- ——Lewis 碱分量。

表 2 所示为采用接触角测量法测定的青贮玉米秸秆原料(A 样品)、ICSE 处理后样品(B 样品)、热喷放处理后样品(C 样品)、碱堆沤处理后样品(D 样品)4 种样品压片表面的 3 种检测液体的接触角。

表 2 青贮玉米秸秆压片试样的接触角($^\circ$)

Table 2 Contact angles of silage corn straw test samples($^\circ$)

检测液体	预处理前后青贮玉米秸秆			
	A	B	C	D
二次蒸馏水	82.12	35.08	58.83	87.20
甘油	69.50	68.13	22.64	82.82
二碘甲烷	9.75	29.13	14.50	6.60

采用表面能计算方法,可根据 3 种不同极性的检测液体与试样压片的接触角计算出测试样品的表面能参数^[12]。通过对固/液界面和水介质中的固/气界面的相互作用自由能的比较,可看出在 Lifshitz-范德华(LW)相互作用自由能、Lewis 酸-碱(AB)相互作用自由能和静电(EL)相互作用自由能三者中,AB 相互作用自由能比其他两者大 2~3 个数量级以上。王 晖等^[9]提出将 Lewis 酸分量 γ^+ 和 Lewis 碱分量 γ^- 的表达式 $\sqrt{\gamma^+} + \sqrt{\gamma^-}$ 定义为固体表面的亲水指数,单位为 $\text{mJ}^{1/2} \cdot \text{m}^{-1}$,只有当亲水指数大于或接近 $5 \text{ mJ}^{1/2} \cdot \text{m}^{-1}$ 的表面是亲水的。表 3 所示为经计算得到的 4 种样品的表面自由能参数。

表 3 青贮玉米秸秆试样的表面能参数

Table 3 Surface energy parameter of silage corn straw

	mJ/m^2			
表面能参数	A	B	C	D
γ^{LW}	50.07	44.58	49.20	50.46
γ^+	0.06	2.44	4.46	1.74
γ^-	3.58	72.18	5.49	5.34
γ	50.97	71.10	59.09	56.56
$\sqrt{\gamma^+} + \sqrt{\gamma^-}$	2.13	10.06	4.45	3.63

图 1 反映的是 4 种样品亲水指数的变化。其中,ICSE 处理后的固体表面自由能 γ 增加 39.5%,亲水指数增大 372.5%;相对应的热喷放处理后的固体表面自由能 γ 增加 15.9%,亲水指数增大 109.3%;碱堆沤处理后的固体表面自由能 γ 增加 11.0%,亲水指数增大 70.6%。较热喷放、碱堆沤 2 种预处理方式,ICSE 样品固体表面自由能分别高出 20.3%和 25.7%,亲水指数分别高出 125.8%和 177.0%。

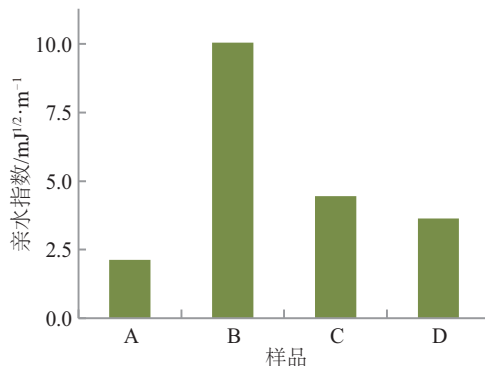


图 1 4 种样品的亲水指数

Fig. 1 Hydrophilic index of four samples

ICSE 试样的亲水指数是 4 种试样中唯一大于 5 的,表明经过 ICSE 处理可使青贮玉米秸秆表面实现亲水特性。青贮玉米秸秆的固体表面产生与水的排斥力原因主要来自其表面蜡质层及内部排列整齐的三素构造,破坏这些蜡质层及原有的封闭构造,是其转变为亲水特性的关键。这一实验证明,ICSE 处理相比于其他处理方式,可更有效地打破疏水结构。

2.2 沉降特性

图 2 所示为测定的青贮玉米秸秆原料(A 样品)、ICSE 处理后样品(B 样品)、热喷放处理后样品(C 样品)、碱堆沤处理后样品(D 样品)在水中的飘浮沉入质量比。

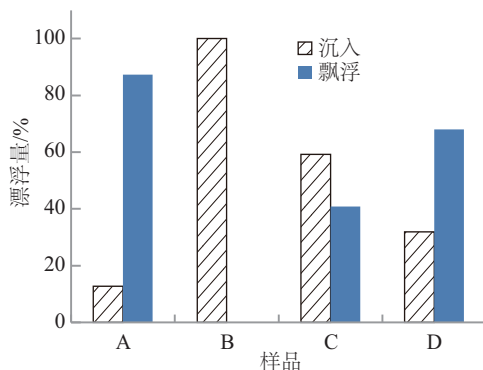


图2 4种样品的水中飘浮沉入质量比

Fig. 2 Four samples mass ratios of float and submergence in water

经过 3 种预处理方法后秸秆的飘浮量都比原料有所下降,其中蒸汽爆破后的青贮秸秆为稠泥浆状,能与水很好地混溶。测定结果中 ICSE 沉降比最大为 1:1,其次为热喷放 0.6:1,再次为碱堆沤 0.3:1,未处理原料的沉降比为 0.1:1。

从实验可看出,松散物料的沉降特性并不完全取决于物质的密度,与物料的表面特性、内部结构及物理特性有密切联系,为此需要对物料的宏观物理特性及微观结构做进一步实验及定量分析。

2.3 比表面积及孔径分布

图 3 是 3 种不同预处理方式与原料的比表面积测定结果。从图 3 中可看出 ICSE 处理后的比表面积明显增加,比原料增加 65.2%;热喷预处理后比

处理前增加 5.0%。而碱堆沤预处理后反而降低了青贮玉米秸秆的比表面积,仅为原料的 45.5%。这反映出 ICSE 处理相对于另外 2 种预处理方法,一方面由于改变了三素结合状态,打破了原有的规则结构,使纤维素及半纤维素从木质素的包裹中脱出,从而显著增加物料的比表面积;另一方面,受爆破冲击,在微观结构中产生了更多的孔洞,也促使比表面积增大。蒸煮过程可使三素结构发生疏松软化,并溶解部分纤维素、半纤维素碎片,但未大范围剥离三素的组合结构,因此仅能微弱增加比表面积。碱堆沤则由于细胞壁的皱缩现象,减小了微观结构的比表面积,从物理角度看对水解发酵是不利的。总体看,ICSE 可使比表面积显著增大,这对增加水解过程中物料与微生物及酶的可及性是有益的。

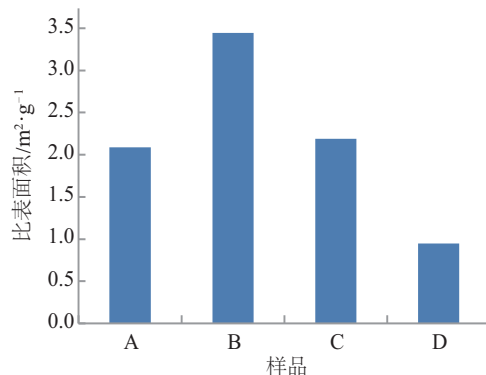


图3 青贮玉米秸秆不同预处理后的比表面积

Fig. 3 BET surface area of different pretreatment silage corn straw

表 4 是 3 种不同预处理方式与原料的孔径分布统计(样品处理方式及样品号同上)。从孔径分布统计看,原料及 ICSE 处理后样品均无微孔,热喷放与碱堆沤则出现一定的微孔分布。大孔分布与此相反,原料及 ICSE 处理后样品均存在 50.0~233.9 nm 的大孔分布,热喷放与碱堆沤的大孔分布最大为 55.0 nm。说明青贮原料存在天然的大孔分布,在 ICSE 处理中保留了这些大孔存在。而热喷放预处理由于溶解了部分纤维素及半纤维素碎片,堵塞部分孔洞,使这些大孔尺寸减小。碱堆沤预处理由于使细胞壁发生皱缩效应,也减小了大孔尺寸。

表 4 青贮玉米秸秆不同预处理后的孔径分布

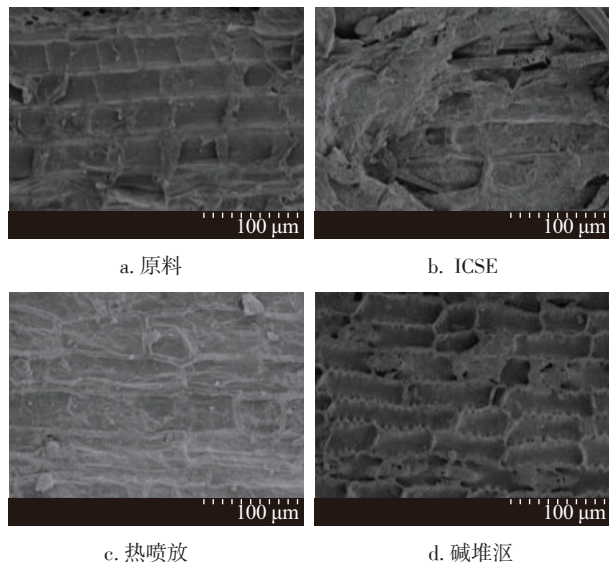
Table 4 Hore diameter distribution under different pretreatment silage corn straw

孔径分布	A	B	C	D
微孔	—	—	1.8~2.0	1.8~2.0
中孔	2.7~50.0	2.5~50.0	2.2~40.5	2.2~38.0
大孔	50.0~233.9	50.0~233.9	55.0	54.1

nm

2.4 显微观察

图 4 表明, ICSE 在高温蒸汽的蒸煮作用下, 细胞组织中的纤维素和半纤维素已开始溶解破坏, 表面的细小碎片大多被溶解, 细胞壁形状发生扭曲, 但由于木质素的存在, 仍能保持较为完整的形态; 通过瞬间汽爆作用, 使得已发生软化及疏松的组织结构受到猛烈冲击, 不但打破了细胞壁间隔组织, 同时使更微观的微管束都受到了充分打击, 其表面呈蜂窝状结构。原本排列整齐的细胞壁及纤维排列被打乱, 组织结构破碎。碱堆沤的化学作用明显, 使细胞壁的形态发生了皱缩变形, 形成较规则的褶皱, 但未打破整体的组织结构, 也未暴露出被木质素包裹的纤维素、半纤维素结构。



a. 原料

b. ICSE

c. 热喷放

d. 碱堆沤

图 4 不同预处理方式下 SEM 照片

Fig. 4 Different pretreatment SEM photo

总体看, 蒸煮即保压过程可使部分纤维素及半纤维素溶解, 结构被软化疏松, 但热喷放过程对秸

秆结构的整体破坏作用不明显; 爆破过程彻底改变了组织结构, 使细胞壁完全断裂破碎。碱堆沤未对细胞壁产生破坏效果, 只使其平直形状改变为皱缩状态。

3 结论与讨论

3.1 结 论

1) 固体表面自由能: ICSE 处理后的固体表面自由能较热喷放、碱堆沤 2 种预处理方式分别高出 20.3% 和 25.7%, 亲水指数分别高出 125.8% 和 177.0%。而 ICSE 试样的亲水指数是 4 种试样中唯一大于 5 的, 这标志着物料特性从疏水性转变为亲水性, 沉降特性因其亲水性而发生明显改善。

2) 沉降特性: ICSE 沉降比最大为 1:1, 其次为热喷放 0.6:1, 再次为碱堆沤 0.3:1, 对应未处理原料的沉降比为 0.1:1。这表明仅 ICSE 处理样品能与水很好地混溶。

3) 比表面积分析: ICSE 处理后的比表面积明显增加, 比原料增加 65.2%; 热喷预处理后比处理前增加 5.0%。而碱堆沤预处理后降低了青贮玉米秸秆的比表面积, 仅为原料的 45.5%。

4) 孔径孔容分析: ICSE 处理的最大孔容为 80~90 nm, 相对于原料在绝对量上大比例的增加了中孔、大孔的孔洞数量及孔容。在 20~50 nm 范围内, 孔容相对原料增加了 5~6 倍。热喷放处理对大于 55 nm 的大孔无法测出孔容; 碱堆沤处理也使微孔部分所占孔容降低, 并且可测出孔容的最大孔径进一步降低, 这与比表面积的测定结果相吻合。

5) 显微观察: 原料细胞壁结构完整清晰; ICSE 处理整体结构已基本打破, 视野内主要为组织碎片, 未有完整的细胞壁组织结构, 同时能看到一些呈筛网状的微管束组织; 热喷放处理的部分细胞壁结构发生断裂, 但仍保持形状, 细胞内结构疏松, 有部分已开始发生溶解; 碱堆沤的细胞壁因化学作用, 发生了规则性的褶皱现象, 但结构完整, 未有明显的断裂、溶解现象。

3.2 讨 论

该实验室设计的 ICSE 对青贮玉米秸秆预处理

的效果进行对比研究。通过与热喷放、碱堆沤 2 种预处理方法的对比,分析生物质固体表面自由能、沉降特性、比表面积及孔径分布等,并对预处理后的样品进行电镜分析,从而加深了对生物质 ICSE 处理的作用机理认识。ICSE 处理较另外 2 种预处理方式明显改变了木质纤维素的微观物理结构,打破了原有的排列结构,增加了与液体、气体的传质表面,这些对木质纤维素的水解、发酵过程必将产生明显促进作用,提高其降解潜质。ICSE 技术对生物质的作用机理研究,还有一些理论问题处于推理阶段,缺乏实验考证,有待系统研究 ICSE 的机理和功能。

[参考文献]

- [1] Hooper R J, Li J. Summary of the factors critical to the commercial application of bioenergy technologies[J]. *Biomass Bioenergy*, 1996, (11): 469—474.
- [2] Luner P E, Oh E. Characterization of the surface free energy of cellulose ether films[J]. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2001, 181(1/3): 31—48.
- [3] Len V, Tusa A, Araujo Y. C. Determination of the solid surface tensions: I. The platinum case[J]. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 1999, 155(2/3): 131—136.
- [4] Ado M H V C, Saramago B J V, Fernandes A C. Estimation of the surface properties of styrene-acrylonitrile random copolymers from contact angle measurements[J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1999, 217(1): 94—106.
- [5] Park Soo-Jin, Kim Jeong-Soon. Influence of plasma treatment on microstructures and acid-base surface energetics of nanostructured carbon blacks: N₂ plasma environment[J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2001, 244(2): 336—341.
- [6] Tretinnikov O N. On neglecting the polar nature of halogenated hydrocarbons in the surface energy determination of polar solids from contact angle measurements[J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2000, 229(2): 644—647.
- [7] Michalski M C, Hardy J, Saramago B J V. On the surface free energy of PVC/EVA polymer blends: Comparison of different calculation methods[J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1998, 208(1): 319—328.
- [8] Janczuk B, Bialopiotrowicz T, Zdziennicka A. Some remarks on the components of the liquid surface free energy [J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1999, 211(1): 96—103.
- [9] 王 晖, 顾国华. 固体的表面能及其亲水/疏水性[J]. *化学通报*, 2009, 12(1): 1091—1096.
- [9] Wang Hui, Gu Guohua. Surface free energy of solid matter and its hydrophilic/hydrophobic nature[J]. *Chinese Journal of Chemical*, 2009, 12(1): 1091—1096.
- [10] Van Oss C J, Chaudhury M K, Good R J. Mechanism of partition in aqueous media[J]. *Separation Science and Technology*, 1987, 22(6): 1515—1526.
- [11] Van Oss C J, Good R J, Chaudhury M K. Estimation of the polar surface tension parameters of glycerol and formamide, for use in contact angle measurements on polar solids[J]. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 1990, 11(1): 75—81.
- [12] 邱冠周, 胡岳华, 王淀佐. 颗粒间相互作用与细粒浮选[M]. 长沙: 中南工业大学出版社, 1993.
- [12] Qiu Guanzhou, Hu Yuehua, Wang Dianshuo. Particle-particle interaction and fine particle flotation[M]. Changsha: Central South University of Technology Press, 1993.

EFFECTS OF NEW BLASTING TECHNIQUE ICSE ON PHYSICAL PROPERTIES OF SILAGE CORN STRAW

Ma Peng¹, Feng Chong¹, Liu Huili², Zhao Guoxin¹, Yu Zhengdao³

(1. *Central Plains Research Institute, Zhengzhou Institute of Technology, Zhengzhou 450044, China;*

2. *College of Life Science, Zhengzhou Normal University, Zhengzhou 450044, China;*

3. *Teaching and Research Base of Henan Agricultural University, Zhengzhou 450002, China*)

Abstract: By a study that compares ICSE with boiling flow and alkali retting, we explored the mechanism that ICSE acts on biomass physical property, surface energy property and microstructure. In this study, we conducted solid surface energy test, settlement characteristics test, BET surface area and pore-size distribution test. Among them, solid surface energy test shows results: ICSE could increase solid surface energy to 71.1 mJ/m^2 , has a 20.3% increase compared with boiling flow and a 25.7% increase compared with alkali retting, has a $10.1 \text{ mJ}^{1/2}/\text{m}$ hydrophilic index, has a 125.8% increase compared with boiling flow and a 177.0% increase compared with alkali retting. Settlement characteristics test shows that ICSE samples have a 1:1 settlement ratio, boiling flow samples have a 0.6:1 settlement ratio, alkali retting samples have a 0.3:1 settlement ratio. Specific surface area and pore-size distribution test shows that ICSE could increase solid surface energy to $3.5 \text{ m}^2/\text{g}$, has a 57.4% increase compared with boiling flow and a 263.0% increase compared with alkali retting, pore-size and pore-volume increase. These tests reflect that ICSE could improve effectively biomass solid surface energy and hydrophilic index, increase biomass surface area and compatibility with water, reveal the superiority of ICSE over the other pretreatment technology.

Keywords: surface free energy; specific surface area; settlement characteristics; physical properties; ICSE; silage corn straw