

## PENGEKSTRAKAN DAN PENCIRIAN NANOSULOSA DARIPADA SERABUT KELAPA

(Extraction and Characterization of Nanocellulose from Coconut Fiber)

Nor Liyana Ahmad dan Ishak Ahmad\*

*Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Fakulti Sains dan Teknologi,  
University Kebangsaan Malaysia, 43600 Bangi, Selangor, Malaysia*

\*Corresponding author: gading@ukm.my

### Abstrak

Pengubahsuaian kimia telah dijalankan ke atas serabut kelapa untuk mengekstrak nanohablur selulosa daripadanya. Antara rawatan yang dilakukan adalah rawatan alkali, rawatan penambahan peluntur dan akhirnya hidrolisis menggunakan asid sulfurik pekat. Kesan setiap rawatan kimia terhadap serabut kelapa dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) dan analisis pembelauan sinar-X (XRD). Seterusnya perubahan morfologi permukaan dikaji menggunakan mikroskop imbasan elektron (SEM) manakala kestabilan terma gentian serabut kelapa dikaji melalui analisis termogravimetrik (TGA). Hasil analisis menunjukkan pengubahsuaian kimia yang dilakukan dapat menyingkirkan hemiselulosa dan lignin daripada serabut kelapa. Analisis XRD juga telah menunjukkan peningkatan kehabluran serabut selepas setiap peringkat rawatan. Nanoselulosa yang terhasil daripada proses hidrolisis menggunakan asid sulfurik dianalisis menggunakan mikroskop transmisi elektron (TEM) bagi mengenal pasti saiz nanoselulosa yang diperolehi. Didapati purata diameter nanoselulosa daripada serabut kelapa adalah  $13.7 \pm 6.2$  nm manakala panjangnya adalah  $172.34 \pm 8.4$  nm. Selulosa nanohablur mempunyai pelbagai potensi dalam aplikasi seperti bioperubatan, jerapan minyak, membran, farmasi dan biokomposit.

**Kata kunci:** serabut kelapa, nanohablur selulosa, lignin, hemiselulosa

### Abstract

Coconut husk fibers has been modified by some chemical treatments to extract cellulose nanocrystals (CNC), which are alkali treatment, bleaching and acid hydrolysis using concentrated sulphuric acid. The effect of the treatments on the coconut husk fibers has been analysed using Fourier transform infrared (FTIR) and X-Ray diffraction (XRD). Meanwhile, the morphology observation and thermal stability of the fiber have been analysed by scanning electron microscopy (SEM) and thermogravimetric analysis (TGA) respectively. The analyses show that the chemical modification could eliminate some of the lignin and hemicelluloses of the fiber. Nanocellulose extracted from acid hydrolysis has been analysed using transmission electron microscopy (TEM) to define the size of extracted nanocellulose. The cellulose nanocrystals from coconut fibre has the average diameter and length in the range  $13.7 \pm 6.2$  nm and  $172.3 \pm 8.4$  nm, respectively. The obtained nanocellulose may have the potential applications in the fields of biomedical, oil adsorption, membrane, pharmaceutical and biocomposites.

**Keywords:** Coconut husk fiber, cellulose nanocrystals (CNC), lignin, hemicelluloses

### Pengenalan

Serabut semulajadi banyak digunakan sebagai bahan penguat dalam komposit polimer kerana ia mudah didapati, murah, menggunakan tenaga yang rendah, boleh diperbaharui dan terbiodegradasi. Kelapa atau nama saintifiknya *Cocos nucifera* berasal daripada famili *Arecaceae* (*Palmae*) merupakan antara serabut semulajadi yang mempunyai ketumpatan yang rendah, iaitu antara 1.0 hingga 1.3 g/cm<sup>3</sup> dan terikan yang tinggi iaitu kira-kira 40%. Sifat ini menjadikan ia sesuai digunakan sebagai bahan komposit [1]. Bahan komposit daripada serabut semulajadi juga mempunyai aplikasi yang besar dalam pembuatan barangan kegunaan harian dan seterusnya menjadi pengganti kepada penggunaan gentian kaca. Walau bagaimanapun, terdapat beberapa kelemahan untuk menggabungkan serabut semulajadi dengan polimer yang bersifat hidrofobik, iaitu keserasian antara serabut dan polimer itu sendiri.

Justeru beberapa pengubahsuaian perlu dilakukan ke atas serabut dan polimer untuk meningkatkan kualiti bahan komposit [2].

Selulosa merupakan komponen utama serabut semulajadi seperti flaks, kapas, jut dan tebu. Selain itu, terdapat juga komponen bukan selulosa iaitu hemiselulosa dan lignin. Serabut kelapa mengandungi kandungan lignin yang tinggi berbanding serabut semula jadi yang lain. Walau bagaimanapun penambahan serabut kelapa dalam komposit dapat mengurangkan kadar aliran terma seterusnya menghasilkan bahan yang berketumpatan rendah. Serabut kelapa yang dirawat terlebih dahulu sebelum diadun dengan matriks juga dapat meningkatkan perlekatan antara serabut dan matriks dalam penghasilan komposit [3].

Pengekstrakan nanoselulosa daripada serabut semulajadi semakin mendapat perhatian kerana dapat menghasilkan bahan yang mempunyai sifat mekanik yang tinggi dan nisbah dimensi yang tinggi [4]. Kajian ini dijalankan untuk mengekstrak nanoselulosa daripada serabut kelapa dan mengkaji kesan rawatan kimia yang dijalankan terhadap serabut ini.

### **Bahan dan Kaedah**

#### **Bahan**

Serabut kelapa yang digunakan dalam kajian ini diperoleh daripada hasil industri. Bahan kimia yang digunakan terdiri daripada natrium hidroksida (NaOH) dan asid asetik ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) yang dibekalkan oleh System, natrium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ) daripada Sigma-Aldrich dan asid sulfurik ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) daripada Univar.

#### **Pengekstrakan nanoselulosa**

Serabut kelapa yang diperoleh daripada industri dibersihkan dan direndam semalaman untuk menghilangkan bendasing dan kotoran. Kemudian, serabut kelapa dikisar dan ditapis untuk mendapatkan serabut dengan saiz 100-250  $\mu\text{m}$ . Rawatan alkali dijalankan melalui kaedah refluks dengan menggunakan 4% NaOH yang dicampurkan dengan 5% kandungan serabut kelapa daripada jumlah larutan yang digunakan di dalam kelalang dasar bulat. Refluks dijalankan selama 2 jam dengan suhu minyak silikon  $90^\circ\text{C}$ . Selepas refluks, campuran dibasuh dengan air suling sehingga larutan tanpa warna terhasil dan ditapis untuk rawatan seterusnya. Serabut kelapa yang telah dirawat dikeringkan semalaman. Proses rawatan alkali ini diulang sebanyak empat kali.

Seterusnya, serabut kelapa yang telah menjalani rawatan alkali akan mengalami rawatan penambahan bahan peluntur. Proses ini turut menggunakan kaedah refluks tetapi menggunakan tiga jenis larutan yang berbeza, iaitu  $\text{NaClO}_2$ , larutan penimbal  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dan NaOH, serta air suling. Campuran yang digunakan untuk penyediaan larutan penimbal ini adalah 2.7 g NaOH dan 7.5 mL asetik asid dalam 100 mL air suling. Larutan penimbal ini seterusnya dicampurkan 1.7% brt  $\text{NaClO}_2$  dan air suling.

Proses rawatan bahan peluntur menggunakan ketiga-tiga jenis larutan ini dengan isipadu yang sama dan mengikut nisbah serabut kepada larutan adalah 1:20. Proses refluks untuk rawatan bahan peluntur dijalankan selama 4 jam dengan suhu minyak silikon  $90^\circ\text{C}$ . Proses ini diulang sebanyak empat kali sehingga serabut kelapa dilunturkan warnanya kepada warna putih. Serabut yang telah direfluks turut dibasuh dan dikeringkan pada suhu bilik. Serabut yang telah mengalami proses rawatan dan dikeringkan akan dihantar untuk dianalisis.

Pengekstrakan nanoselulosa dijalankan dengan kaedah hidrolisis menggunakan 64 % brt  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Proses hidrolisis ini dijalankan selama 30 minit pada suhu  $45^\circ\text{C}$  sambil dikacau berterusan. Kemudian, campuran diletakkan di dalam bekas berair selama 30 minit sebelum diemparkan. Proses pengemparan dijalankan selama 10 minit pada suhu  $10^\circ\text{C}$  dengan kelajuan 10 000 rpm untuk mengasingkan asid daripada selulosa yang telah diekstrak. Kemudian selulosa dimasukkan ke dalam sel membran dan didialisis dengan air ternyahion sehingga mencapai nilai pH neutral. Larutan juga dihomogenkan menggunakan penghomogen Ultra Turrax T25 sebelum dihantar untuk dianalisis.

#### **Analisis pencirian serabut kelapa**

Kajian morfologi permukaan sampel serabut kelapa tanpa rawatan dan yang telah mengalami rawatan alkali dan rawatan pelunturan dianalisis menggunakan mikroskop imbasan elektron (SEM) model Philips XL-series XL-30. Nanoselulosa yang telah diekstrak pula dianalisis menggunakan mikroskop transmisi elektron (TEM) Philips CM12

yang beroperasi pada voltan 3 kV. Sampel nanoselulosa yang telah diletakkan di atas grid kuprum dititiskan dengan 2% uranil asetat akueus dan dikeringkan sebelum dianalisis.

Analisis spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) dijalankan untuk mengetahui perubahan terhadap kumpulan berfungsi bagi sampel serabut kelapa yang telah dirawat. Analisis dijalankan menggunakan spektrometer Perkin-Elmer (Spektrum GX) pada julat 4000-500  $\text{cm}^{-1}$  dengan resolusi imbasan 8  $\text{cm}^{-1}$ . Sampel berbentuk serbuk dicampurkan dengan serbuk kalium bromide, KBr, sebelum dianalisis.

Kehabluran sampel serabut kelapa dikenal pasti berdasarkan analisis pembelauan sinar-X (XRD) menggunakan difraktometer model Bruker AXS D8 Advance dengan Cu-K $\alpha$  ( $\lambda=0.5141$  nm) pada 40 kV, 40 mA. Data direkod dengan julat  $2\theta$  adalah 5 hingga 60  $^{\circ}$ C. Peratus kehabluran ( $I_h$ ) sampel dikira menggunakan kaedah [5] seperti berikut:

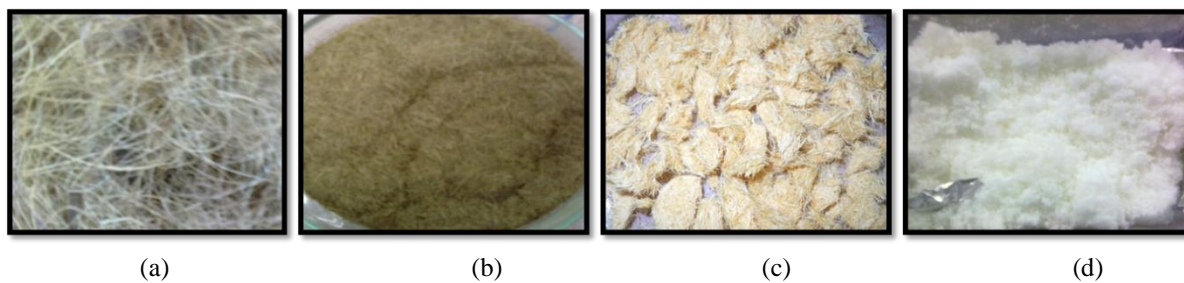
$$I_h = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100$$

di mana  $I_{002}$  ialah keamatan maksimum pembelauan pada kekisi (0 0 2) iaitu di antara puncak 22 $^{\circ}$  dan 23 $^{\circ}$ ,  $I_{am}$  ialah keamatan minimum pada bahagian amorfus sampel iaitu pada puncak  $2\theta = 18^{\circ}$  dan 19 $^{\circ}$ .

Analisis termogravimetrik (TGA) dijalankan menggunakan penganalisa termogravimetrik Mettler Toledo Model TGA/SDTA851 untuk menentukan kestabilan terma serabut kelapa pada keadaan yang berbeza.

#### Keputusan dan Perbincangan

Gambaran serabut kelapa secara fizikal yang dianalisis dalam kajian ini ditunjukkan dalam Rajah 1. Warna serabut kelapa yang telah dirawat dengan alkali menjadi semakin cerah dan seterusnya berwarna putih setelah rawatan pelunturan dilakukan. Hal ini disebabkan penyingkiran hemiselulosa dan lignin yang berlaku dalam rawatan kimia tersebut. Keadaan ini dapat dibuktikan melalui analisis yang dijalankan dalam kajian ini.

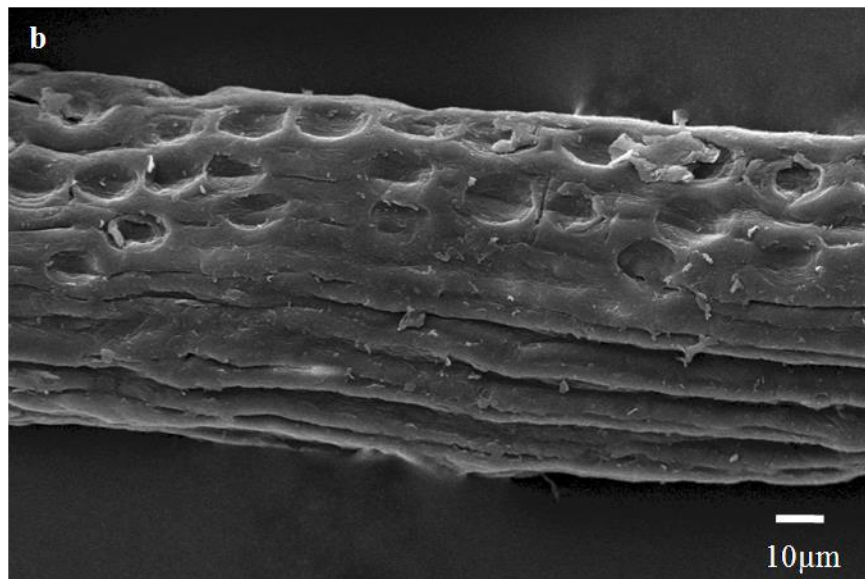
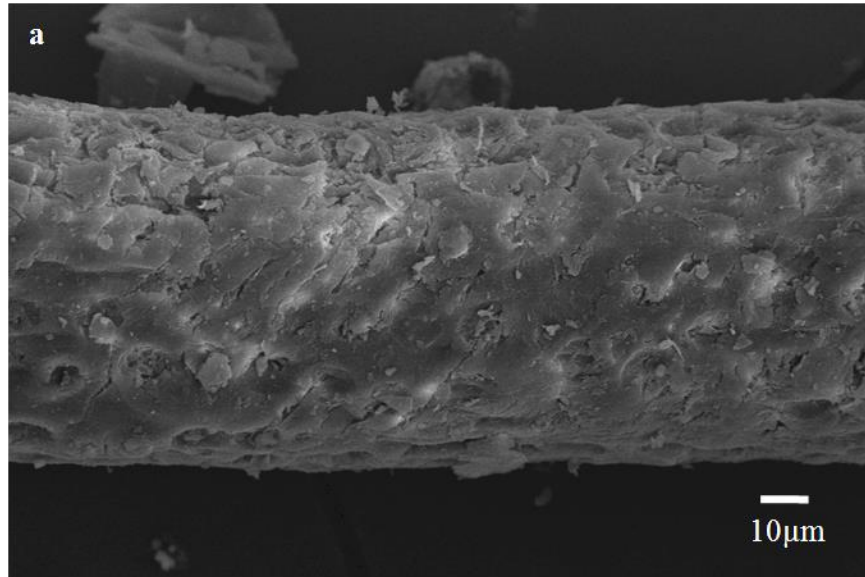


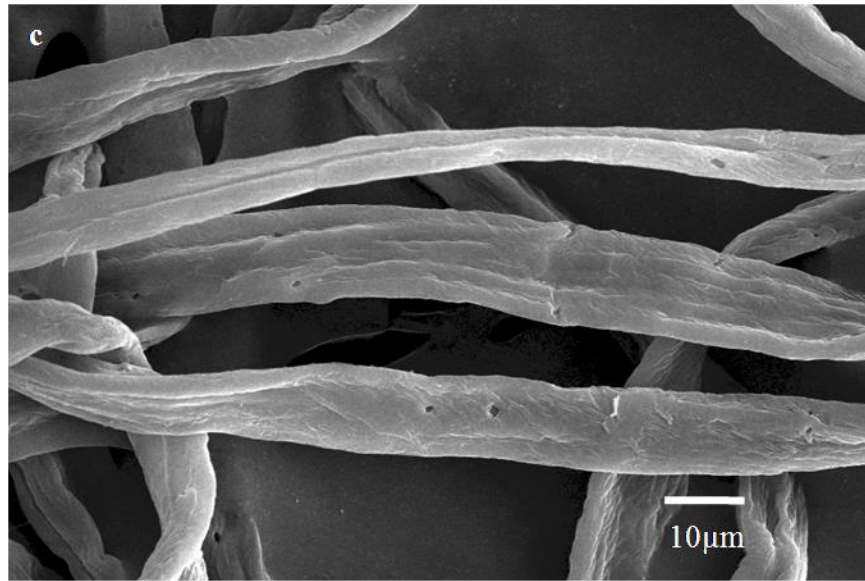
Rajah 1. Gambar serabut kelapa (a) tanpa rawatan, (b) dengan rawatan alkali, (c) dengan rawatan peluntur dan (d) nanoselulosa.

#### Analisis morfologi permukaan

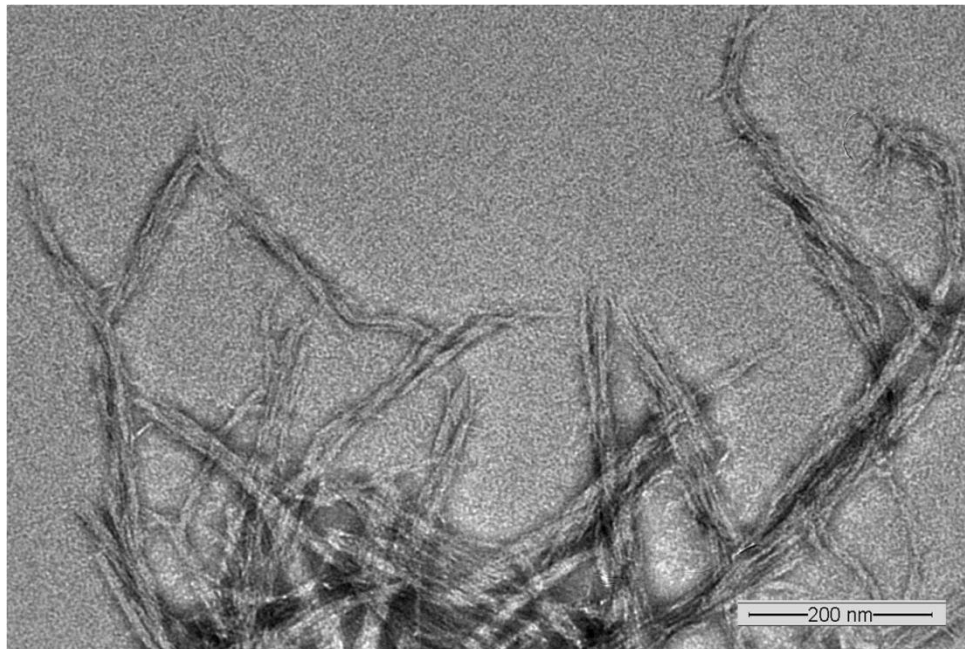
Pemeriksaan morfologi permukaan serabut kelapa dijalankan menggunakan mikroskop imbasan elektron (SEM) seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 2. Permukaan serabut kelapa tanpa rawatan kelihatan tidak sekata dan diselaputi oleh bendasing seperti hemiselulosa, lignin, pektin dan bahan berlipid. Serabut kelapa tanpa rawatan ini juga terdiri daripada fibril yang diikat oleh lignin. Morfologi permukaan serabut kelapa yang telah mengalami rawatan alkali dilihat lebih kasar berbanding serabut tanpa rawatan. Hal ini disebabkan berlakunya penyingkiran hemiselulosa semasa rawatan alkali. Bintilan berbentuk lubang kosong pada serabut kelapa dengan rawatan alkali pula disebabkan penyingkiran unjuran globul pada serabut kelapa tanpa rawatan [6].

Selepas rawatan pelunturan, permukaan serabut menjadi semakin licin berikutan penyingkiran lignin pada serabut kelapa, berbanding serabut kelapa tanpa rawatan dan dengan rawatan alkali. Keadaan ini juga memudahkan perlekatan antara serabut kelapa dan matriks dalam penghasilan komposit. Gumpalan antara serabut yang diikat dengan lignin juga dilihat telah terpisah dan bertukar kepada diameter yang lebih kecil, iaitu sekitar 5-15  $\mu\text{m}$ .





Rajah 2. Mikrograf SEM serabut kelapa (a) tanpa rawatan, (b) dengan rawatan alkali, dan (c) dengan rawatan peluntur.



Rajah 3. Nanoselulosa yang diekstrak daripada serabut kelapa.

Rajah 3 menunjukkan dimensi nanoselulosa yang telah diekstrak daripada serabut kelapa. Imej ini menunjukkan keberkesanan proses hidrolisis asid di mana ampaiian akueus nanoselulosa terdiri daripada fibril berbentuk seperti jarum dan sedikit gumpalan [7-8]. Pengukuran terhadap dimensi nanoselulosa yang diekstrak daripada serabut kelapa ditunjukkan dalam Jadual 1. Umumnya, saiz nanoselulosa mempunyai purata diameter  $13.7 \pm 6.2$  dan panjangnya  $172.34 \pm 8.4$  nm [9]. Nanoselulosa yang berjaya diekstrak dalam kajian ini mempunyai purata nisbah dimensi  $14.23 \pm 8$  nm.

Jadual 1. Dimensi nanoselulosa yang telah diekstrak selepas hidrolisis yang diukur berdasarkan mikroskop TEM.

Panjang, L /nm	Diameter, D /nm	Nisbah dimensi (L/D)
201.17	24.18	8.32
188.96	12.24	15.63
73.02	9.52	7.63
226.24	8.93	25.33

#### Analisis spektrum FTIR

Analisis terhadap kumpulan berfungsi pada serabut kelapa yang mengalami rawatan kimia yang berbeza ditunjukkan dalam Rajah 4. Puncak yang mempunyai perubahan yang ketara adalah pada  $1723 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan getaran kumpulan asetil dan ester uronik hemiselulosa atau rantai ester daripada kumpulan karbosilik ferulik dan asid p-kumerik daripada lignin. Puncak pada  $1630 \text{ cm}^{-1}$  mewakili getaran rangka aromatik C=C lignin, manakala puncak  $1252 \text{ cm}^{-1}$  menerangkan regangan C-O hemiselulosa dan lignin [10]. Puncak ini yang semakin hilang bagi serabut kelapa yang telah mengalami rawatan kimia dan nanoselulosa menunjukkan bahawa rawatan kimia yang dijalankan berjaya menyingkirkan kandungan lignin dalam serabut kelapa.

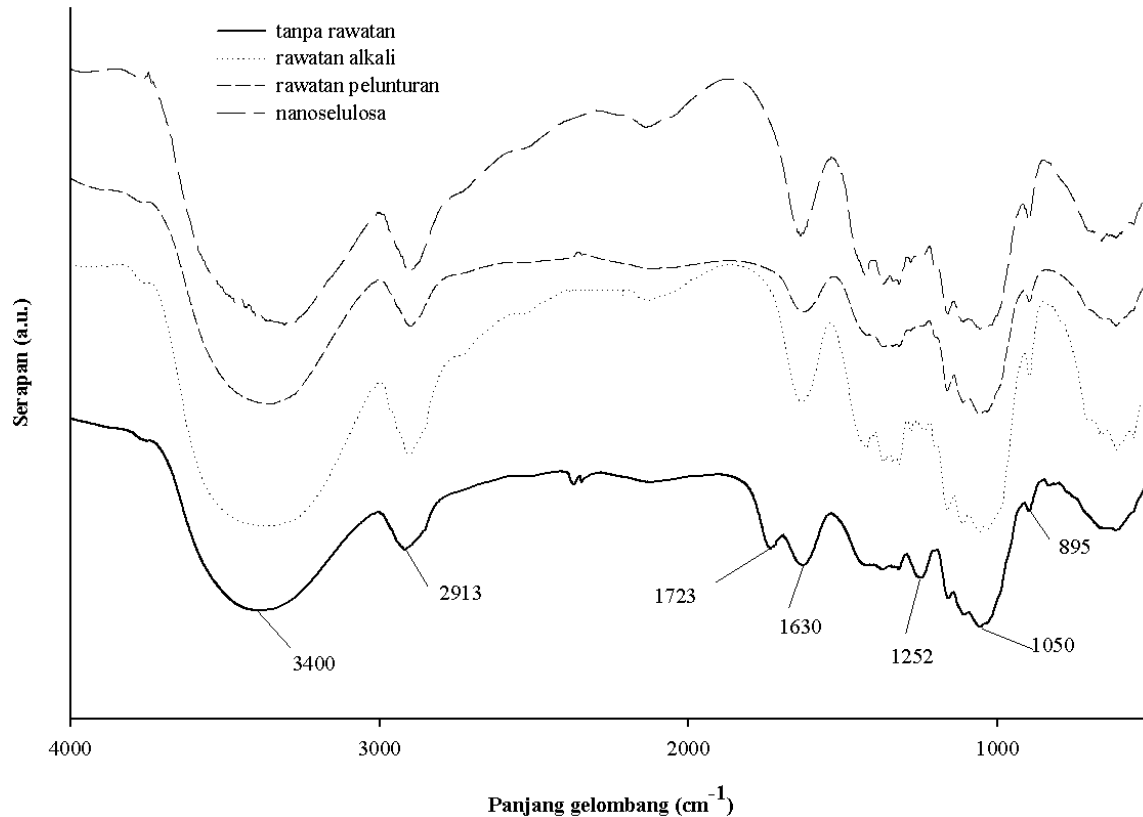
Jalur serapan yang lebar pada puncak  $3330 \text{ cm}^{-1}$  dan  $3400 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan getaran O-H bebas oleh kumpulan hidroksil dalam molekul selulosa, manakala puncak pada  $2913 \text{ cm}^{-1}$  yang juga terdapat pada keempat-empat sampel mewakili getaran regangan C-H. Regangan C-O pada puncak  $1050 \text{ cm}^{-1}$  yang semakin berkurangan kelebarannya bagi sampel nanoselulosa menunjukkan berlakunya penyingkiran lignin dan hemiselulosa semasa rawatan kimia dijalankan. Puncak  $1630 \text{ cm}^{-1}$  mewakili regangan C=C bagi rantai aromatik lignin. Puncak ini semakin tajam bagi serabut kelapa terawat alkali namun semakin berkurangan bagi rawatan pelunturan. Serapan pada puncak ini merujuk serapan air pada sampel serabut kelapa [11].

Puncak bagi selulosa dapat dilihat pada puncak  $895 \text{ cm}^{-1}$  yang semakin berkurangan bagi nanoselulosa. Puncak ini menerangkan regangan gelang glukosa, iaitu deformasi C-H bagi selulosa dan hemiselulosa. Penyingkiran lignin yang banyak semasa rawatan pelunturan menyebabkan bahagian amorfus terdedah kepada serangan asid. Hal ini menjadikan nisbah puncak lignin kepada selulosa bertambah disebabkan pengurangan kandungan selulosa, seterusnya mengurangkan penyerapan spektrum pada puncak  $895 \text{ cm}^{-1}$  [12].

#### Analisis difraktometer X-ray

Difraktogram kehabluran bagi serabut kelapa ditunjukkan dalam Rajah 5. Serabut kelapa tanpa rawatan, serabut kelapa yang telah mengalami rawatan alkali dan pelunturan serta nanoselulosa menunjukkan puncak utama pada puncak belauan  $2\theta = 15.8^\circ$ ,  $22.7^\circ$  dan  $34.6^\circ$ . Puncak pada  $2\theta = 22.7^\circ$  mewakili kehabluran selulosa pada satah ( 2 0

0). Puncak bagi serabut kelapa dengan rawatan pelunturan adalah lebih tajam berikutan penyingkiran lignin semasa rawatan pelunturan. Pertambahan intensiti pada puncak  $2\theta = 16.5^\circ$  dan  $22.7^\circ$  menunjukkan pola serapan bagi selulosa I [13].

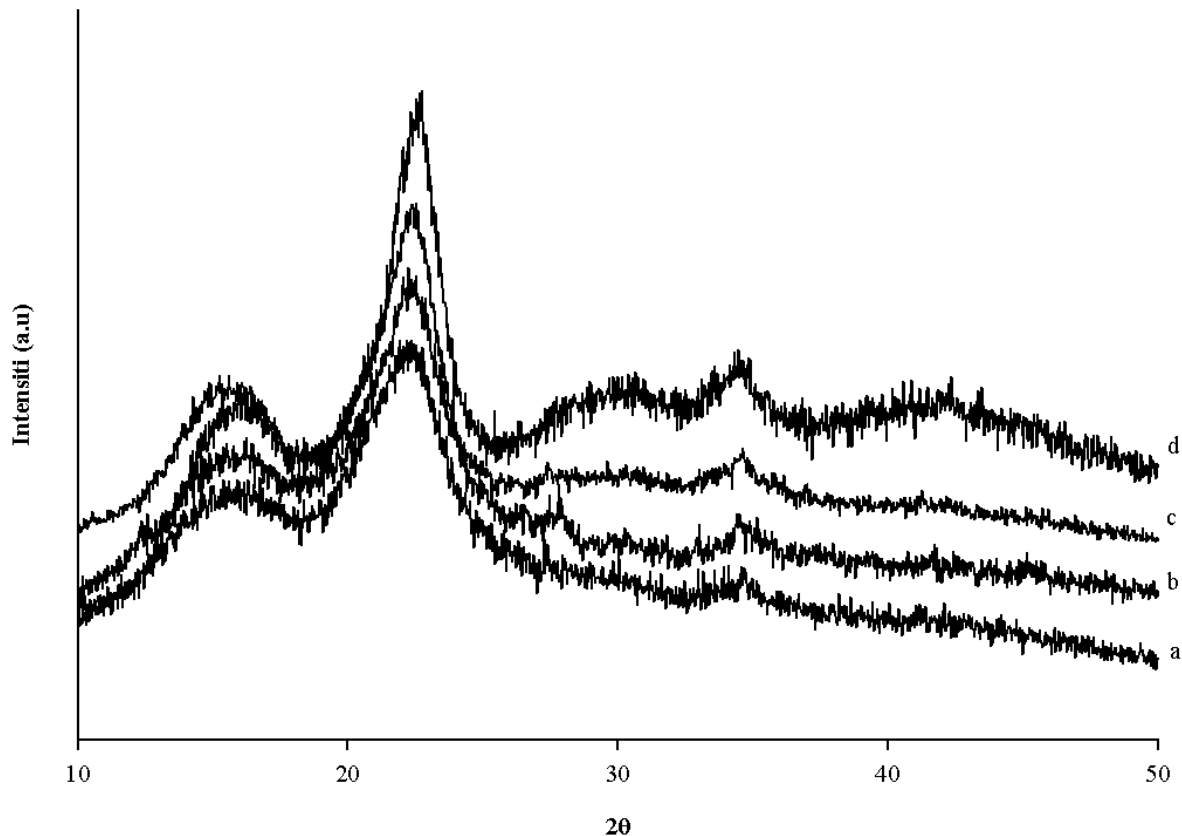


Rajah 4. Spektrum serabut kelapa tanpa rawatan, dengan rawatan alkali, dengan rawatan peluntur, dan nanoselulosa.

Berdasarkan Jadual 2, indeks kehabluran bagi sampel serabut kelapa semakin meningkat dengan rawatan kimia yang dijalankan. Hal ini menunjukkan bahawa proses penyediaan sampel mempengaruhi kehabluran nanoselulosa. Di samping itu, tempoh hidrolisis selama 30 minit merupakan tempoh yang sesuai untuk penyediaan nanoselulosa ini kerana rawatan dengan asid yang mengambil masa yang lama bukan sahaja boleh memusnahkan bahagian amorfus selulosa tetapi turut merosakkan bahagian hablurnya [14].

Jadual 2. Indeks kehabluran serabut kelapa.

Sampel serabut kelapa	Indeks kehabluran, $I_h$ (%)
Serabut kelapa tanpa rawatan	51.18
Serabut kelapa dengan rawatan alkali	54.71
Serabut kelapa dengan rawatan pelunturan	59.71
Nanoselulosa	63.18



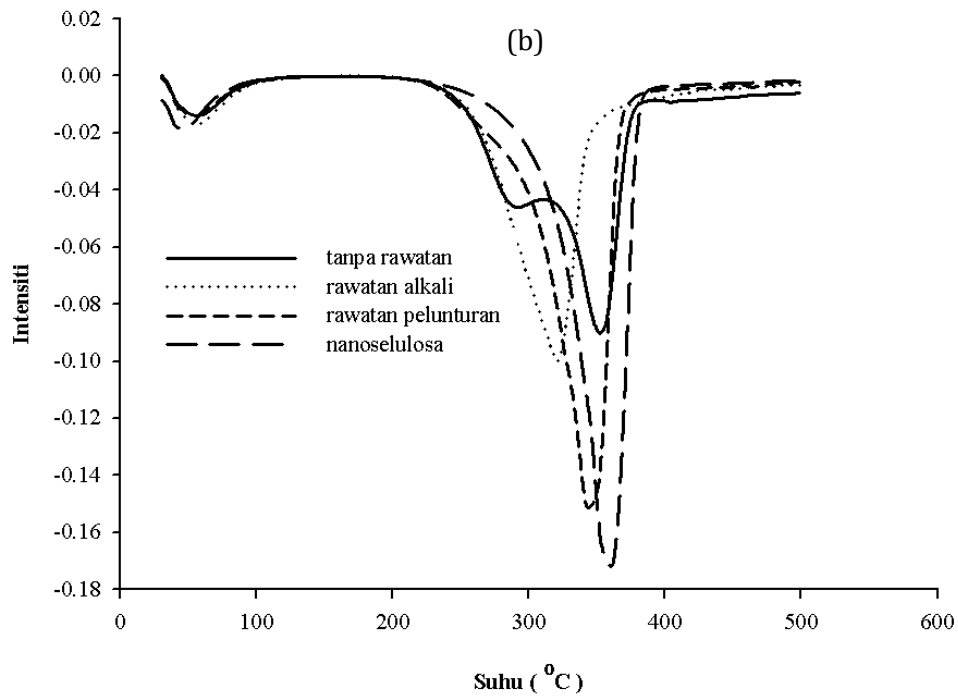
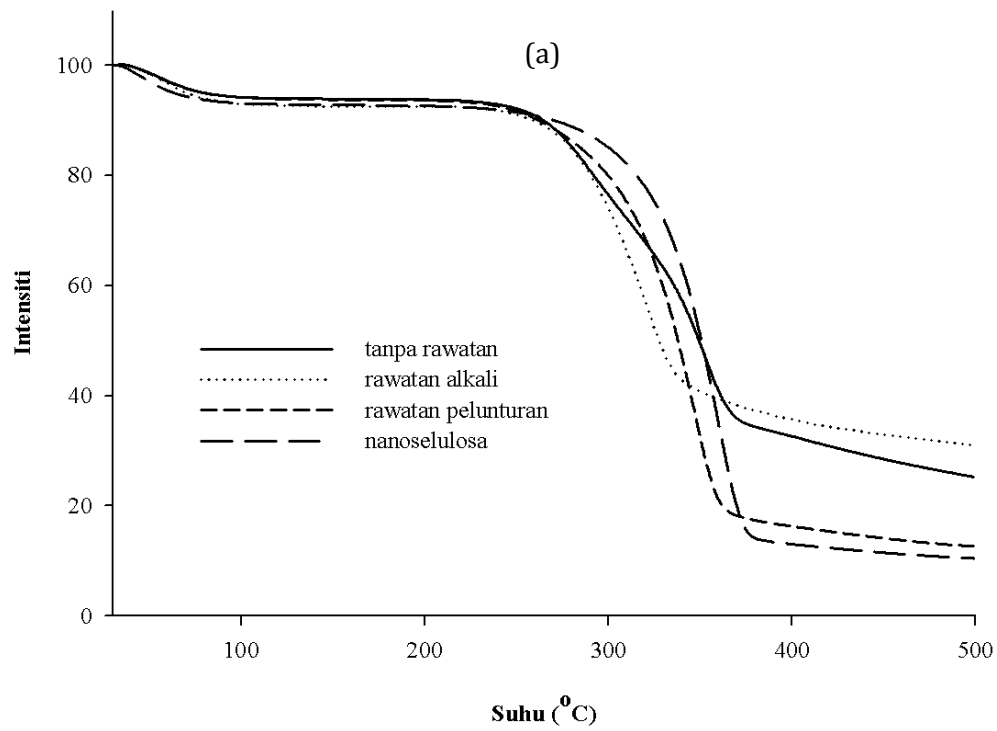
Rajah 5. Difraktogram serabut kelapa (a) tanpa rawatan, (b) dengan rawatan alkali, (c) dengan rawatan peluntur, dan (d) nanoselulosa.

### Analisis kestabilan terma

Kestabilan terma bagi setiap serabut kelapa dikaji daripada analisa termogravimetrik TGA dan DTG seperti dalam Rajah 6. Lengkung TGA menunjukkan empat tahap degradasi, iaitu proses penyejatan lembapan, proses degradasi hemiselulosa, selulosa dan lignin. Berat sampel semakin berkurangan bermula pada suhu 34°C disebabkan oleh dehidrasi atau penyejatan lembapan yang berlaku pada setiap sampel. Degradasi selulosa bermula pada suhu 260°C dan berterusan sehingga 380°C. Penyingkiran lignin ditunjukkan pada tempoh degradasi antara suhu 345°C dan 500°C, di mana tahap degradasi semakin berkurang dengan rawatan kimia yang dijalankan ke atas serabut kelapa. Hal ini juga dapat dilihat pada lengkung DTG pada suhu 285 °C bagi serabut kelapa tanpa rawatan semakin hilang bagi sampel serabut kelapa yang telah mengalami rawatan kimia dan nanoselulosa. Keadaan ini juga disokong oleh spektrum hasil analisis FTIR sebelumnya. Julat suhu yang panjang semasa penguraian lignin turut dipengaruhi oleh sifat ikatan kimia pada struktur serabut kelapa.

Kehilangan berat yang ketara dapat dilihat pada suhu yang lebih tinggi. Sampel dengan rawatan pelunturan menunjukkan peningkatan kestabilan terma berbanding sampel tanpa rawatan dan sampel rawatan alkali. Keadaan ini disebabkan kehadiran lignin, hemiselulosa dan pektin dalam serabut kelapa tanpa rawatan dan serabut kelapa dengan rawatan alkali. Komposisi ini mempunyai tahap degradasi yang rendah berbanding selulosa. Namun penyingkiran komponen ini meningkatkan kestabilan terma serabut kelapa dan nanoselulosa. Kestabilan terma bagi serabut kelapa dengan rawatan alkali kelihatan lebih tinggi daripada serabut kelapa tanpa rawatan disebabkan baki lignin yang masih ada pada sampel rawatan alkali. Oleh itu, pembasuhan yang bersih sangat dititik beratkan dalam penyediaan sampel.





Rajah 6. Rajah kestabilan terma (a) TGA dan (b) DTG serabut kelapa tanpa rawatan, dengan rawatan alkali, dengan rawatan peluntur, dan nanoselulosa.

### Kesimpulan

Selulosa telah diperolehi daripada serabut kelapa menggunakan rawatan alkali dan bahan peluntur dan dicirikan menggunakan spektroskopi FTIR dan pemerhatian mikroskopi. Seterusnya selulosa nanohablur telah berjaya diekstraks menggunakan asid sulfurik ( $H_2SO_4$ ) pekat pada kepekatan 64%  $H_2SO_4$ . Analisis pembelauan sinar-X (XRD) menunjukkan peningkatan kehabluran selepas setiap rawatan di mana selulosa nanohablur menunjukkan peratus kehabluran yang paling tinggi dengan indeks kehabluran 63.18. Analisis terma telah menunjukkan peningkatan suhu penguraian selepas setiap rawatan dengan selulosa nanohablur menunjukkan peningkatan suhu degradasi yang sangat tinggi.

### Penghargaan

Penulis merakamkan penghargaan kepada Kementerian Sains, Teknologi dan Inovasi dan Universiti Kebangsaan Malaysia atas pembiayaan projek ini.

### Rujukan

1. Defoirdt, N., Biswas, S., De Vries, L., Tran, L. Q. N., Van Aker, J., Ahsan, Q., Gorbatikh, L., Van Vuure, A. & Verpoest, I. 2010. Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre. *Composites A*. 41: 588-595.
2. Geethamma, V. G., Kalaprasad, G., Gabriel, G., Sabu, T. 2005. Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites. *Composites*. 36: 1499-506.
3. Asasutjarit, C., Charoenvi, S., Hirunlabh, J. & Khedari, J. 2009. Materials and mechanical properties of pretreated coir-based green composites. *Composites: Part B*. 40: 633-637.
4. Li, R., Fei, J., Cai, Y., Li, Y., Feng, J., & Yao, J. 2009. Cellulose whiskers extracted from mulberry: A novel biomass production, carbohydrate polymers. *Carbohydrate Polymers* 76: 94-99.
5. Segal, L., Creely, L., Martin, A.E., Conrad, C.M. 1959. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using X-ray diffractometer. *Text. Res. J.* 29: 786-794.
6. Rout, J., Misra, M., Tripathy, S. S., Nayak, S. K. & Mohanty, A. K. 2001. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. *Composites Science and Technology*. 61: 1303-1310.
7. Azizi, M. A. S., Alloin, F., & Dufresne, A. 2005. Review of recent research into cellulosic whiskers, their properties and their application in nanocomposite field. *Biomacromolecules*. 6(2): 612-616.
8. Lai-Kee-Him, H., Chanzy, H., Muler, M., Putaux, J. L., Imai, T. & Bulone, V. 2002. In vitro versus in vivo cellulose microfibrils from plant primary wall synthases: Structural differences. *The Journal of Biological Chemistry*, 277(40): 36931-36939.
9. Bondenson, D., Kvien, I. & Oksman, K. 2006. Strategies for preparation of cellulose whiskers from microcrystalline cellulose (MCC) as reinforcement. In: Oksman, K., Sain, M., editors. *Cellulose nanocomposites: processing, characterization and properties*. ACS symposium series, jilid 938. Oxford: Oxford University Press.
10. Zuluanga, R., Putaux, J. L., Cruz, J., Velez, J., Mondragon, I., Ganan, P. 2009. Cellulose microfibrils from banana rachis: effect of alkaline treatments on structural and morphological features. *Carbohydrate Polymer*. 76: 51-59.
11. Moran, J. I., Alvarez, V. A., Cyras, V. P. & Vazquez, A. 2008. Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose*. 15: 149-159.
12. Socrates, G. 2004. *Infrared and raman characteristic group frequencies*. New York: John Wiley & Sons. p. 366.
13. Marchessault, R. H., & Sundararajan, P. R. 1993. In G. O. Aspinall (Ed.), *The polysaccharides*. 2. New York: Academic Press. p. 44.
14. M.F. Rosa, E.S. Medeiros, J.A. Malmonge, K.S. Gregorski, D.F. Wood, L.H.C. Mattosa, G.Glenn, W.J. Orts & S.H.Imam. 2010. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers* 81: 83-92.