

Synthesis of Cellulose Nanofiber from Palm Oil Empty Fruit Bunches Using Acid Hydrolysis Method

Azmia Rizka Nafisah^{1,✉}, Dian Rahmawati¹, Fadhil Muhammad Tarmidzi^{1,2}

¹Program Studi Teknik Kimia, Jurusan Teknologi Industri dan Proses, Institut Teknologi Kalimantan, Balikpapan 17627, Indonesia

²Program Studi Teknologi Pangan, Jurusan Sains, Teknologi Pangan, dan Kemaritiman, Institut Teknologi Kalimantan, Balikpapan 17627, Indonesia

Info Artikel

Diterima Januari 2022

Disetujui Maret 2022

Dipublikasikan November 2022

Keywords:

Hidrolisis

Nanoserat selulosa

Tandan kosong kelapa sawit

Abstrak

Nanoselulosa memiliki berbagai tipe dan yang paling banyak dikembangkan hingga saat ini adalah yang berbentuk fibril atau serat sehingga penggunaan produk yang tidak dapat terdgradasi dapat dihindari. Nanoserat selulosa (CNF) memiliki keunggulan berupa kekuatan yang tinggi dan dapat terdegradasi sehingga memegang peranan penting untuk pembuatan material baru seperti biopolimer. Pada penelitian ini, selulosa nanofibril dibuat dengan memanfaatkan limbah tandan kosong kelapa sawit yang banyak tersedia di Kalimantan Timur. Isolasi selulosa dapat dilakukan dengan menghilangkan kandungan lain yang terdapat pada bahan baku, seperti lignin dan hemiselulosa. Dari berbagai macam metode, metode kimiawi dipilih karena sudah terbukti efektif untuk proses isolasi nanoselulosa. Sampel CNF selanjutnya dikarakterisasi komposisi, morfologi, dan juga dihitung indeks kristalinitasnya dengan menggunakan FT-IR, SEM, dan XRD. Dari hasil karakterisasi, didapatkan hasil bahwa ukuran dari serat nanoselulosa berkisar antara 400-900 nm. Tingkat kristalinitas yang tinggi mencapai 65% menunjukkan stabilitas termal yang tinggi pula sehingga CNF dapat digunakan untuk berbagai produk manufaktur lainnya. Hasil uji FT-IR menunjukkan puncak disekitar 1000-1100 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi cincin piranosa skeletal C-O-C yang berkontribusi terhadap peningkatan kristalinitas dari CNF.

Abstract

Nanocellulose comes in a variety of forms, the most common are fibrils or fibers, which contribute to its application in biodegradable products. Because cellulose nanofibers (CNF) have a high strength-to-weight ratio and are biodegradable, they play a significant role in the development of novel materials such as biopolymers. Oil palm empty fruit bunches, which are commonly available in East Kalimantan, were used to make cellulose nanofibers in this research. Other components included in raw materials, such as lignin and hemicellulose, can be removed to isolate the cellulose. The chemical method was chosen over the others since it has been proved to be effective in the isolation of nanocellulose. The composition and morphology of the CNF samples were next examined using FT-IR, SEM, and XRD. From the characterization results, it was found that the size of the nanocellulose fibers ranged from 400 nm - 900 nm. The high crystallinity level of 65% indicates high thermal stability so the CNF can be used for various matters. The results of the FT-IR test showed a peak around 1000-1100 cm^{-1} which indicated the vibration of the skeletal C-O-C pyranose ring that contributed to the increase in the crystallinity of CNF.

Pendahuluan

Jumlah perkebunan kelapa sawit di Indonesia, khususnya di Kalimantan Timur sangat banyak dan luas, diperkirakan lebih dari 15 juta ha pada 2021. Setiap tahunnya, dari sebesar satu ton limbah padat pabrik Crude Palm Oil (CPO) menghasilkan tandan kosong kelapa sawit (TKKS) sebesar 23%. Dari data Badan Pusat Statistik (BPS) menunjukkan bahwa luas perkebunan sawit terus meningkat setiap tahunnya sehingga dipastikan limbah yang dihasilkan juga semakin besar. TKKS memiliki kandungan utama seperti selulosa sebanyak 40-43%, hemiselulosa 22-25%, dan lignin sebanyak 19-21% (Ramli *et al.*, 2015). Selulosa merupakan jenis biopolimer alami yang jumlahnya sangat melimpah di dunia. Sifatnya yang memiliki rantai karbon panjang, menjadikannya salah satu penyusun utama dari tanaman dan merupakan komponen penting yang dapat digunakan sebagai sumber bahan baku energi terbarukan. Isolasi selulosa mikrokristalin (MCC) dari bahan baku natural menjadi topik yang paling diminati saat ini karena merupakan jenis penguat yang sangat baik untuk bahan polimer komposit (Ramli *et al.*, 2015).

Salah satu pemanfaatan selulosa yang banyak dikembangkan adalah nanomaterial. Nanoselulosa merupakan salah satu jenis nanomaterial dengan bahan baku utama selulosa yang memiliki paling tidak satu dimensi dalam ukuran nano. Nanoselulosa biasanya dibagi menjadi dua yaitu selulosa nanofiber dan selulosa nanokristal (Zhang *et al.*, 2021). Selulosa Nanofibril (*Cellulose Nanofiber*) atau disingkat dengan CNF dapat digambarkan sebagai untaian serat atau elementari fibril yang terdiri atas fase amorf dan fase kristal dan memiliki ukuran dalam nano hingga mikron. Saat ini penelitian serat nano menjadi ketertarikan tersendiri bagi industri, akademisi, dan lembaga penelitian. Keunggulannya yaitu memiliki permukaan yang luas dan sangat ringan, mudah dibentuk, dan memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Isolasi nanofibril dapat melalui proses hidrolisis asam menggunakan asam sulfat dan proses homogenisasi (Fatah *et al.*, 2014). Proses *pretreatment* komponen lignoselulosa seperti menggunakan metode kimiawi and enzimatis merupakan pilihan terbaik karena terbukti efektif dan efisien (Alemdar & Sain, 2008; Aprilia *et al.*, 2015). Selulosa nanofibril yang diambil dari serat bambu melalui proses hidrolisis asam memiliki tingkat kristalinitas hingga 65% dengan ukuran diameter fibril antara 5-10 nm (Saurabh *et al.*, 2016). Salah satu aplikasi dari nanofibril yang menarik perhatian para akademika dan industri yaitu pembuatan nanopaper menggunakan nanofibril selulosa dari tumbuhan. CNF biasa digunakan sebagai pengisi (*filler*) untuk meningkatkan sifat dan karakteristik mekanik dari lapisan (*film*) yang ingin dibuat. Ukuran serat dari CNF berkisar antara 10-100 nm (Yu *et al.*, 2019).

CNF dibuat dari TKKS yang diambil langsung dari perkebunan kelapa sawit di daerah Penajam Paser Utara (PPU). Saat ini penggunaan TKKS belum dapat dimanfaatkan secara maksimal di lingkungan pabrik karena hanya dapat digunakan sebagai bahan bakar boiler maupun untuk pupuk pohon sawit. Hal ini menjadi salah satu faktor utama yang membuat TKKS sangat potensial untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan nanoserat selulosa. Modifikasi struktur serat nanoselulosa menjadi fokus utama dari penelitian ini.

Metode

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah tandan kosong kelapa sawit yang didapatkan dari perkebunan sawit daerah Penajam Paser Utara (PPU), Kalimantan Timur. Bahan kimia NaOH dan H₂SO₄ 96% merk merck, serta H₂O₂ 50% dibeli dari toko lokal di Balikpapan.

Persiapan Bahan

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dijemur selama ±3 hari. Kemudian TKKS kering diambil seratnya dan dibersihkan dari pengotor dengan menggunakan air bersih. Serat yang sudah bersih dikeringkan di bawah sinar matahari guna mengurangi kadar air. Serat TKKS yang sudah kering dihaluskan dengan blender untuk memperkecil ukuran serat. Selanjutnya serat diayak menggunakan ayakan 100 mesh untuk mendapatkan ukuran yang lebih kecil dan seragam.

Alkalinasi pada serbuk TKKS dengan NaOH 2% (1:10) selama 3 jam pada suhu 70 °C - 80 °C sambil diaduk dengan *stirrer*. Serat hasil alkalinasi disaring dan dicuci dengan aquadest hingga pengotor pada permukannya hilang. Setelah serat bersih dilanjutkan dengan proses pemutihan (*bleaching*) pada sampel dengan mencampur larutan NaOH 4% dan H₂O₂ 7.2% dengan serat selama 2 jam pada suhu 55°C sambil diaduk dengan *stirrer*. Serat hasil dari proses pemutihan disaring dan dicuci menggunakan aquadest hingga pH netral.

Serat selanjutnya dihidrolisis dengan menggunakan H₂SO₄ dengan variasi konsentrasi 45% w/w, 55% w/w, 65% w/w yang dibuat dengan mengencerkan H₂SO₄ 96% pada suhu 50 °C selama 45 menit lalu menambahkan aquades sebanyak 10 kali dari jumlah H₂SO₄. Serat hasil hidrolisis dicuci menggunakan

aquades hingga mencapai pH netral. Setelah itu, dilakukan sentrifugasi pada serat dengan kecepatan per putaran 6000 rpm selama 12 menit. Nanoselulosa yang dihasilkan berbentuk gel disimpan di wadah tertutup rapat lalu diletakkan dalam desikator. Sampel dengan variasi konsentrasi H₂SO₄ 45% w/w, 55% w/w, dan 65% w/w, masing-masing diberi nama CNF-A, CNF-B, dan CNF-C.

Karakterisasi Nanoserat Selulosa

Beberapa metode digunakan untuk karakterisasi CNF, seperti *Scanning Electron Microscope* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR). Uji morfologi pada CNF dan biofilm yang dihasilkan dilakukan menggunakan SEM dengan sampel yang sudah dipotong dengan luas ± 1 cm² dan diletakkan pada *holder* (wadah atau tempat sampel uji). Kemudian sampel diambil fotonya dengan magnifikasi 4000-8000 kali dengan tegangan 15 kV dengan metode SED. Uji XRD digunakan untuk mempelajari pola difraksi dari nanoserat dimana sampel bubuk di scan pada sudut 2θ dari 2° hingga 60° menggunakan tegangan 40 kV dan 30 mA. Indeks kristalinitas dari serat nanoselulosa dihitung dengan menggunakan persamaan 1.

$$\text{Indeks kristalinitas} = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} \times 100\% \quad (1)$$

Dimana I₂₀₀ merupakan tinggi intensitas puncak kristalinitas, dan I_{am} merupakan intensitas minimum pada 2θ yang menandakan daerah amorf. Identifikasi gugus fungsi menggunakan FT-IR dilakukan pada sampel CNF kering yang dilakukan pada jangkauan gelombang antara 4000-500 cm⁻¹. Pengujian SEM, XRD, dan FT-IR dilakukan di Laboratorium Karakterisasi A, Laboratorium Terpadu, Institut Teknologi Kalimantan.

Hasil dan Pembahasan

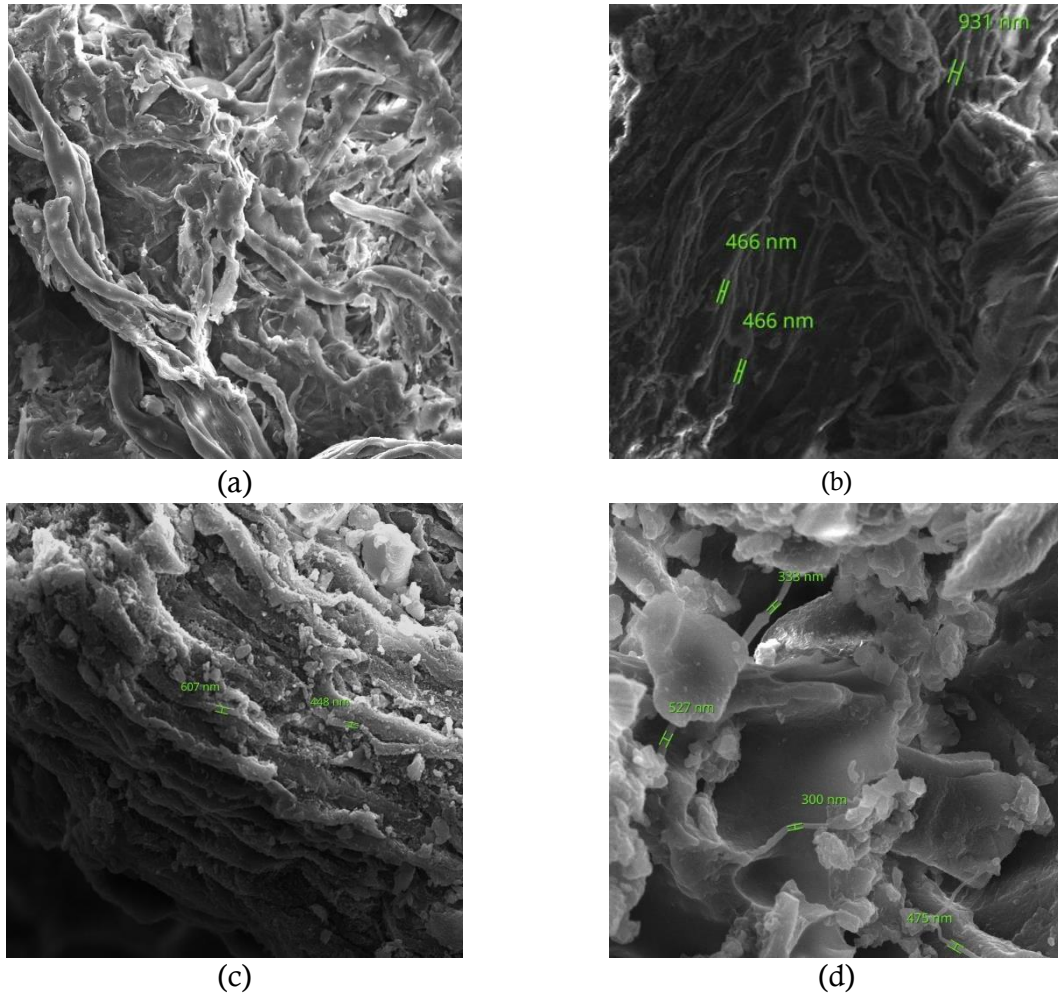
Perlakuan dilakukan secara kimiawi dimana metode ini terbukti efektif untuk mengisolasi serat nano yang ada pada bahan baku. Proses pertama adalah alkalinasi dengan menggunakan NaOH 2% yang dilanjutkan dengan proses pemutihan dengan larutan campuran NaOH 4% serta H₂O₂ 7.2% untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa sebagai residu dan menyebabkan warna kuning hingga kehitaman pada serat (Rosli *et al.*, 2013). Tetapi tahapan ini harus dipastikan tidak merusak struktur dari selulosa dengan cara tidak menggunakan konsentrasi NaOH yang terlalu tinggi. NaOH digunakan pada proses alkalinasi dan pemutihan karena bisa merusak struktur kristalin lignin serta amorf hemiselulosa sehingga dapat dipisahkan dari ikatan panjang rantai karbon yang terdapat di dalam serat (Husni *et al.*, 2018). Sisa lignin yang masih tertinggal dapat dilihat dari warna CNF yang masih berwarna kecoklatan.

Metode pemutihan dapat dilakukan dengan berbagai jenis bahan kimia, seperti H₂O₂ dan NaClO₂. Pada penelitian ini, H₂O₂ dipilih untuk proses pemutihan karena bahan kimia tersebut jika dilarutkan akan terurai menjadi H₂O dan gas O₂ yang sangat efisien dalam proses pemutihan, dapat menurunkan kadar lignin secara signifikan, tidak terlalu berbahaya bagi lingkungan, serta *low cost* (Saputri & Sukmawan, 2020). Dengan pemilihan agen pemutih yang tepat, lignin dan hemiselulosa dapat dihilangkan secara maksimal sehingga bisa didapatkan serat selulosa dengan tingkat kemurnian yang tinggi (Sulaiman *et al.*, 2020). Tetapi perlu diperhatikan bahwa konsentrasi agen basa yang digunakan pada proses ini tidak boleh terlalu tinggi karena dapat mempengaruhi kekuatan selulosa karena dapat membuat selulosa membengkak sehingga menghambat proses pemisahan hemiselulosa dari struktur serat yang berupa rantai karbon yang panjang (Rambabu *et al.*, 2016).

Selanjutnya, proses hidrolisis asam menggunakan H₂SO₄. Pembentukan nanoselulosa dilakukan menggunakan metode hidrolisis asam kuat yaitu H₂SO₄ guna menghasilkan CNF dengan kemampuan larut dalam air yang baik dan hanya memiliki sebagian kecil gugus ester sulfat yang masih menempel di permukaan CNF setelah proses hidrolisis (Sacui *et al.*, 2014). Selain itu, serat juga mengalami reaksi pengelupasan yang terjadi pada area amorf selama proses hidrolisis sehingga meningkatkan kristalinitas dari CNF (Jonoobi *et al.*, 2011). Selain menggunakan larutan H₂SO₄, hidrolisis asam dapat dilakukan dengan menggunakan HCl. Penggunaan H₂SO₄ berfungsi untuk meningkatkan dispersi air dari nanopartikel sehingga menghindari agregasi emulsi dengan pembentukan gugus ester sulfat permukaan bermuatan negatif pada rantai selulosa. Sedangkan penggunaan HCl berfungsi untuk membentuk emulsi dispersi terbatas dan memiliki kecenderungan untuk berflokulasi (Mascheroni *et al.*, 2016).

Hasil Analisis Morfologi dengan SEM

Uji morfologi permukaan selulosa dan CNF dilakukan menggunakan SEM untuk mengetahui karakteristik permukaan mulai dari ciri-ciri permukaan, tekstur, dan bentuk. Morfologi dari nanoselulosa dapat berbeda-beda, tergantung dari bahan baku yang digunakan. Dengan perbesaran 1350 kali untuk sampel selulosa dan perbesaran 4000 kali untuk sampel CNF. Hasil uji morfologi permukaan selulosa dan CNF dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil uji SEM; (a) serat hasil bleaching, (b) CNF-A, (c) CNF-B, (d) CNF-C

Pada gambar 1 Bagian (a) menunjukkan bahwa morfologi permukaan selulosa yang terbentuk lebih halus dan tidak terdapat garis putih ataupun ruas yang menunjukkan adanya kontaminan seperti hemiselulosa dan lignin yang sudah dihilangkan dengan proses alkalinasi dan pemutihan (Kathirselvam *et al.*, 2019). Gambar 1 (b), (c), dan (d) jika dibandingkan dengan gambar (a) menunjukkan bahwa proses pemanasan yang terjadi pada hidrolisis mempengaruhi morfologi selulosa dari TKKS yaitu terjadi pengurangan ukuran serat yang akan menguntungkan dalam penggunaan CNF sebagai *filler* pada pembuatan biofilm kemasan makanan (Johar *et al.*, 2012). Hal ini disebabkan oleh proses hidrolisis asam kuat H_2SO_4 dengan pemanasan selama 45 menit yang akan membuat bagian amorf serat selulosa hilang dan menghasilkan produk utama nanoserat (Zhou, 2012).

Nanoserat selulosa memiliki ukuran serat dengan diameter antara 100-500 nm (Marno *et al.*, 2018). CNF yang diperoleh pada penelitian ini memiliki ukuran sekitar 400-700 nm sudah masuk dalam kategori ukuran nanoserat tetapi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1 masih memiliki ukuran yang tidak seragam. Hal ini dapat disebabkan karena serat-serat pada CNF mengalami penggabungan menjadi satu

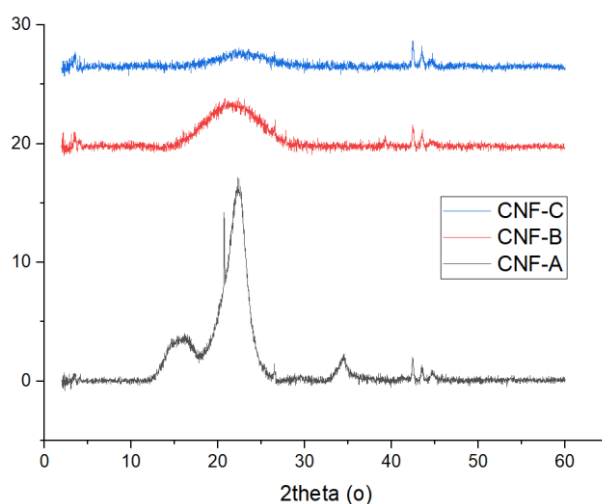
akibat adanya ikatan hidrogen antara rantai selulosa serta gaya *van der waals* antar molekul glukosa yang membentuk kristal pada saat proses pembentukan CNF secara mekanik dan pengeringan (Solikhin *et al.*, 2017). Oleh karena itu, diperlukan proses lanjutan untuk memperoleh ukuran CNF yang sesuai yaitu seperti menggunakan proses *mechanical treatment* dengan *ultrasonicator* dan *mechanical grinding*. Proses *ultrasonicator* dapat digunakan untuk mengecilkan ukuran serat dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik pada frekuensi >20 kH (Li *et al.*, 2012). Sedangkan *mechanical grinding* mengecilkan ukuran serat dengan memasukkan serat dalam bentuk suspensi kedalam alat yang bernama *ultrafine grinder*. Proses dekomposisi lignin yang belum sempurna juga menyebabkan distribusi ukuran serat menjadi tidak merata. Selain itu sifat alami dari TKKS yang memiliki jumlah lignin yang tinggi, adanya kandungan mineral dan *moisture*, serta waktu reaksi juga mempengaruhi proses dekomposisi lignin (Rambabu *et al.*, 2016).

Selain cara-cara diatas, kondisi operasi juga menjadi kunci pada pembuatan nanoserat selulosa. Perlakuan fisik seperti proses dengan tekanan tinggi yang terbukti dapat merusak dinding-dinding utama sel dari serat sehingga waktu proses juga dapat menjadi lebih cepat (Sulaiman *et al.*, 2020). Sehingga kombinasi metode fisika dan kimia dapat menjadi metode alternatif untuk meningkatkan efisiensi dari proses isolasi nanoselulosa.

Hasil Analisis Kristalinitas dengan XRD

Analisis XRD dilakukan pada sampel CNF untuk mengetahui kristalinitas yang terdapat di dalam CNF. Area kristalin dapat terdistribusi secara merata pada serat dan terhubung diantara area-area amorf dari serat (Rambabu *et al.*, 2016). Sehingga kristalinitas dari selulosa dapat bervariasi, tergantung dari metode produksi CNF hingga uji karakterisasi yang dilakukan. Hasil perbandingan antara ketiga variasi variabel CNF dapat dilihat pada Gambar 2 dimana terdapat beberapa puncak yang menandakan adanya daerah krsitalin pada $2\theta = 15^\circ$ dan amorf pada 22° (Lani *et al.*, 2014).

Kristalinitas dari CNF-A, CNF-B, dan CNF-C berbahan dasar TKKS berturut turut mencapai 65%, 49%, dan 40%. Puncak XRD seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2 terlihat pada sudut $2\theta = 15^\circ$, 22° , and 35° yang sesuai dengan bidang kisi berturut-turut 110, 200, dan 004 (Chandrasekaran & Uppuluri, 2019). Semakin tinggi puncak difraksi membuktikan bahwa CNF mengalami peningkatan kristalinitas yang disebabkan oleh selulosa. Sampel CNF-A menunjukkan indeks kristalinitas yang paling tinggi dimana konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan pada proses hidrolisis adalah yang paling rendah. Hal ini disebabkan karena solubilitas H_2SO_4 yang tinggi pada area amorf sehingga dapat dengan mudah merusak struktur selulosa dan terjadi maksimum pada konsentrasi 50% v/v (Ayu *et al.*, 2020). Selain itu ditemukan puncak pada sudut $2\theta = 22^\circ$ menandakan adanya struktur selulosa amorf dan memperlihatkan bahwa masih ada area yang belum berhasil dirusak menggunakan metode kimawi. Nilai indeks krsitalinitas yang didapatkan pada penelitian ini sudah tinggi, tetapi masih sedikit dibawah hasil yang didapatkan pada penelitian sebelumnya yaitu sekitar 70% (Lani *et al.*, 2014).

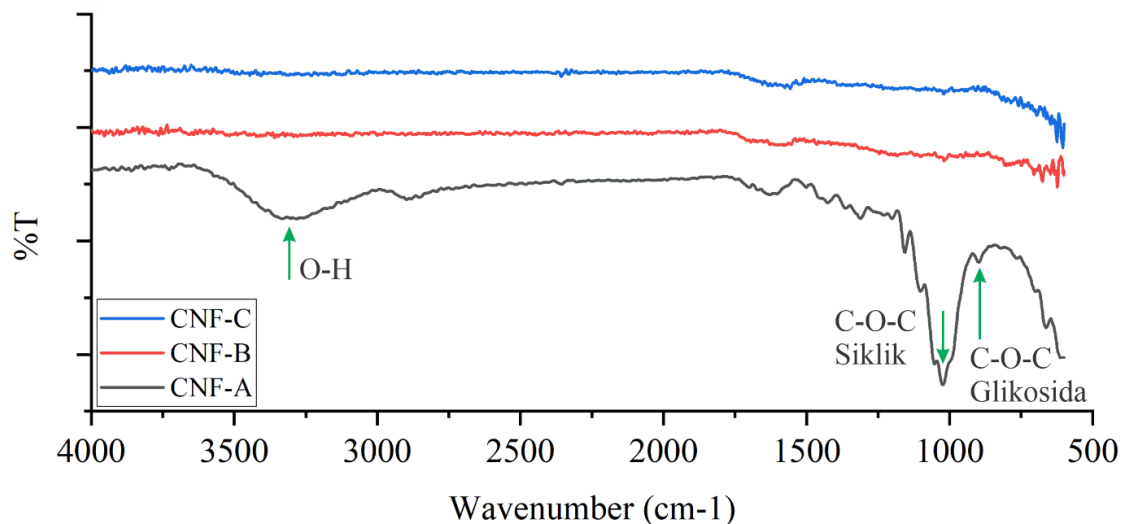


Gambar 2. Hasil uji XRD

Rendahnya indeks kristalinitas pada penelitian ini disebabkan oleh CNF yang masih mengandung lignin dan hemiselulosa yang seharusnya dihilangkan guna meningkatkan kristalinitas. Lignin dan hemiselulosa yang terkandung pada CNF juga akan menghambat proses hidrolisis. Selain itu, proses pengeringan dan penggerusan CNF yang dilakukan sebelum proses karakterisasi SEM dan XRD juga berpengaruh terhadap ukuran serat. Hal ini disebabkan karena penggerusan secara terus menerus dapat merusak kristal selulosa akibat gaya geser yang tinggi pada permukaan kristal. Dimana pengurangan ukuran kristal akan menyebabkan volume kristal yang rendah sehingga berakibat kepada indeks kristalinitas yang rendah (Rambabu *et al.*, 2016).

Hasil Analisis Gugus Fungsi dengan FT-IR

Hasil pengujian FT-IR pada ketiga sampel menunjukkan perbedaan gugus fungsi yang sangat signifikan. CNF-A menunjukkan gugus fungsi yang sama dengan CNF. Dua puncak yang teridentifikasi antara lain puncak antara 3200-3500 cm^{-1} menunjukkan vibrasi pelebaran gugus OH pada selulosa dan puncak antara 1000-1200 cm^{-1} menunjukkan vibrasi pelebaran untuk gugus C-O-C siklik dalam struktur glukosa. Gugus fungsi lainnya yang terdeteksi pada puncak 900 cm^{-1} merupakan ikatan glikosida khas yang mengikat struktur antara gula (glukosa) di dalam rantai selulosa (Alemdar & Sain, 2008; de Oliveira *et al.*, 2017; J. Li *et al.*, 2014). Selain itu terdapat juga puncak vibrasi pada sekitar 1300 cm^{-1} pada sampel CNF-A yang menunjukkan adanya *bending* ikatan C-H dan C-O pada cincin polisakarida aromatik (Rosli *et al.*, 2013).



Gambar 3. Gugus Fungsi Dari Sampel CNF

Pada, CNF-B dan CNF-C tidak menunjukkan adanya intensitas gugus fungsi yang signifikan. Penggunaan konsentrasi H_2SO_4 di atas 45% pada proses hidrolisis memungkinkan terjadinya perubahan serat menjadi karbon (*char*).

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, isolasi nanoselulosa dapat dilakukan dengan metode kimiawi yaitu dengan menggunakan larutan H_2SO_4 dengan perlakuan awal menggunakan campuran H_2O_2 dan NaOH . Hasil pengujian menggunakan XRD yang dilakukan menunjukkan tingkat kristalinitas serat yang tinggi didapatkan ketika konsentrasi asam yang digunakan pada proses hidrolisis tidak terlalu kuat. Kenaikan konsentrasi larutan hidrolisis dapat merusak struktur permukaan dari serat. Distribusi serat belum merata yang diperlihatkan dari hasil uji SEM. Hasil uji FT-IR menunjukkan bahwa terdapat gugus fungsi OH, C-O-C siklik, dan C-O-C glikosida pada nanoserat selulosa.

Saran

Pada penelitian selanjutnya perlu dilakukan perlakuan perbandingan pada proses hidrolisis dan *bleaching* untuk melihat metode terbaik untuk proses ini. Selain itu pada tiap tahapan dapat dilakukan uji

FT-IR untuk memastikan perubahan gugus fungsi yang terjadi sehingga dapat dipastikan serat nanoselulosa yang didapatkan berkualitas baik.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini didanai oleh Lembaga Penelitian dan Pengembangan Masyarakat, Institut Teknologi Kalimantan.

Daftar Referensi

- Alemdar, A., & Sain, M. 2008. Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues- Wheat straw and soy hulls. *Bioresource Technology*, 99: 1664–1671. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.04.029>
- Aprilia, S., Hossain, M., Mustapha, A., Surip, S., Norulaini, N., Peng, L. C., Kadir, M., & Khalil, H. P. S. 2015. Optimizing the Isolation of Microfibrillated Bamboo in High Pressure Enzymatic Hydrolysis. *Bioresources*, 10: 5305–5315. <https://doi.org/10.15376/biores.10.3.5305-5316>
- Ayu, G. E., Nasution, H., Lubis, M., Harahap, H., & Fath, M. T. Al. 2020. The production of nanocrystalline cellulose from oil palm fruit fibers using chemical treatment. *AIP Conference Proceedings*, 2267(1): 20036. <https://doi.org/10.1063/5.0015667>
- Chandrasekaran, T., & Uppuluri, K. 2019. Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from jackfruit peel. *Scientific Reports*, 9, 16709.
- de Oliveira, J. P., Bruni, G. P., Lima, K. O., Halal, S. L. M. El, da Rosa, G. S., Dias, A. R. G., & da Rosa Zavareze, E. (2017). Cellulose fibers extracted from rice and oat husks and their application in hydrogel. *Food Chemistry*, 221: 153–160. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.10.048>
- Fatah, I. Y. A., Khalil, H. P. S. A., Hossain, M. S., Aziz, A. A., Davoudpour, Y., Dungani, R., & Bhat, A. 2014. Exploration of a Chemo-Mechanical Technique for the Isolation of Nanofibrillated Cellulosic Fiber from Oil Palm Empty Fruit Bunch as a Reinforcing Agent in Composites Materials. *Polymers*, 6(10): 2611–2624. <https://doi.org/10.3390/polym6102611>
- Johar, N., Ahmad, I., & Dufresne, A. 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, 37(1): 93–99. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.12.016>
- Jonoobi, M., Khazaeian, A., M. Tahir, P., Azry, S., & Oksman, K. 2011. Characteristics of cellulose nanofibers isolated from rubberwood and empty fruit bunches of oil palm using chemo-mechanical process. *Cellulose*, 18: 1085–1095. <https://doi.org/10.1007/s10570-011-9546-7>
- Kathirselvam, M., Kumaravel, A., Arthanarieswaran, V. P., & Saravanakumar, S. S. 2019. Isolation and characterization of cellulose fibers from *Thespesia populnea* barks: A study on physicochemical and structural properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 129: 396–406. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.044>
- Lani, N., Ngadi, N., Johari, A., & Jusoh, M. 2014. Isolation, Characterization, and Application of Nanocellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber as Nanocomposites. *Journal of Nanomaterials*, 2014: 1–9.
- Li, J., Wang, Y., Wei, X., Wang, F., Han, D., Wang, Q., & Kong, L. 2014. Homogeneous isolation of nanocelluloses by controlling the shearing force and pressure in microenvironment. *Carbohydrate Polymers*, 113, 388–393. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.06.085>
- Li, W., Yue, J., & Liu, S. 2012. Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly(vinyl alcohol) composites. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19(3): 479–485. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2011.11.007>
- Marno, M., Widiyanto, E., Sumarjo, J., & Santoso, A. 2018. Perancangan dan Pengembangan Sistem Electrospinning sebagai Teknologi dalam Pembuatan Nanofiber. *INVOTEK: Jurnal Inovasi Vokasional Dan Teknologi*, 18(2): 101–108. <https://doi.org/10.24036/invotek.v18i2.394>

- Rambabu, N., Panthapulakkal, S., Sain, M., & Dalai, A. K. 2016. Production of nanocellulose fibers from pinecone biomass: Evaluation and optimization of chemical and mechanical treatment conditions on mechanical properties of nanocellulose films. *Industrial Crops and Products*, 83: 746–754. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.11.083>
- Ramli, R., Junadi, N., Beg, H., & Yunus, R. 2015. Microcrystalline Cellulose (MCC) from oil palm empty fruit bunch (EFB) fiber via simultaneous ultrasonic and alkali treatment. *International Journal of Chemical, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering*, 9: 8–11.
- Rosli, N. A., Ahmad, I., & Abdullah, I. 2013. Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from agave angustifolia fibre. *BioResources*, 8(2): 1893–1908. <https://doi.org/10.15376/biores.8.2.1893-1908>
- Sacui, I. A., Nieuwendaal, R. C., Burnett, D. J., Stranick, S. J., Jorfi, M., Weder, C., Foster, E. J., Olsson, R. T., & Gilman, J. W. 2014. Comparison of the Properties of Cellulose Nanocrystals and Cellulose Nanofibrils Isolated from Bacteria, Tunicate, and Wood Processed Using Acid, Enzymatic, Mechanical, and Oxidative Methods. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(9): 6127–6138. <https://doi.org/10.1021/am500359f>
- Saputri, L., & Sukmawan, R. 2020. Pengaruh Proses Blending dan Ultrasonikasi terhadap Struktur Morfologi Ekstrak Serat Limbah Batang Kelapa Sawit untuk Bahan Baku Bioplastik (Selulosa Asetat). *Rekayasa*, 13: 15–21. <https://doi.org/10.21107/rekayasa.v13i1.6180>
- Saurabh, C. K., Mustapha, A., Masri, M. M., Owolabi, A. F., Syakir, M. I., Dungani, R., Paridah, M. T., Jawaid, M., & Abdul Khalil, H. P. S. 2016. Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers from *Gigantochloa scortechinii* as a Reinforcement Material. *Journal of Nanomaterials*, 2016: 4024527. <https://doi.org/10.1155/2016/4024527>
- Solikhin, A., Hadi, Y. S., Massijaya, M. Y., & Nikmatin, S. 2017. Morphological, Chemical, and Thermal Characteristics of Nanofibrillated Cellulose Isolated Using Chemo-mechanical Methods. *Makara Journal of Science*, 21(2). <https://doi.org/10.7454/mss.v21i2.6085>
- Sulaiman, S., Sahat, N. S., Omar, F. N., Mokhtar, M. N., Naim, M. N., Baharuddin, A. S., & Salleh, M. A. M. 2020. Chemical-Physical Treatment for Production of Cellulose Nanofiber from Kenaf Bast Fiber. *Journal of Natural Fibers*, 1–12. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1863288>
- Yu, Z., Dhital, R., Wang, W., Sun, L., Zeng, W., Mustapha, A., & Lin, M. (2019). Development of multifunctional nanocomposites containing cellulose nanofibrils and soy proteins as food packaging materials. *Food Packaging and Shelf Life*, 21:100366.
- Zhang, W., Zhang, Y., Cao, J., & Jiang, W. 2021. Improving the performance of edible food packaging films by using nanocellulose as an additive. *International Journal of Biological Macromolecules*, 166: 288–296.
- Zhou, Y. 2012. Effect of nanocellulose isolation techniques on the formation of reinforced poly(vinyl alcohol) nanocomposite films. *Express Polymer Letters*, 6: 794–804. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2012.85>