

Optimasi Suhu Hidrolisis dan Konsentrasi Asam Sulfat dalam Pembuatan Nanoselulosa Berbahan Dasar Serat Batang Pisang Kepok (*Musa acuminata x balbisiana*)

*Optimization of Hydrolysis Temperature and Sulfuric Acid Concentration in the Making of Nanocellulose Based on Kepok Banana Pseudostem Fiber (*Musa acuminata x balbisiana*)*

Halimatuddahlia Nasution*, Ellsworth, Fenny Wijaya

Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara, Jalan Almamater Kampus USU, Medan, 20155, Indonesia

*Email: halimatuddahlia@usu.ac.id

Abstrak

Penelitian ini mengkaji tentang kondisi suhu hidrolisis dan konsentrasi asam sulfat optimal dalam isolasi nanokristal selulosa (NCC) dari serat batang pisang kepok untuk mendapatkan nilai *yield* dan zat larut dalam air dan yang terbaik. Pada penelitian ini, serat delignifikasi dengan menggunakan NaOH pada suhu 80°C selama 5 menit, diikuti proses bleaching dengan menggunakan H₂O₂ selama 30 menit sebanyak dua kali, dilanjutkan dengan proses hidrolisis asam dengan menggunakan H₂SO₄ selama 1 jam pada variasi suhu hidrolisis 45 °C, 50 °C, 55 °C, 60 °C dan variasi konsentrasi asam sulfat 40%, 45%, 50% dan 55%, dan diultrasonikasi selama 5 menit. Hasil analisis *Transmission Electron Microscopy* menunjukkan NCC yang terisolasi berukuran 125 – 144 nm. Nilai *yield* NCC tertinggi diperoleh pada variasi suhu hidrolisis 60°C dan konsentrasi asam sulfat 55% sebesar 26,75% yang menunjukkan peningkatan *yield* seiring dengan peningkatan variabel konsentrasi asam sulfat dan suhu hidrolisis. Nilai zat larut dalam air terendah diperoleh sebesar 0% yang menunjukkan kemurnian selulosa yang digunakan dalam mengisolasi NCC.

Kata kunci: nanokristal selulosa, serat batang pisang kepok, hidrolisis asam, *yield*, kelarutan dalam air

Abstract

This research aims to investigate the optimal hydrolysis temperature and sulfuric acid (H₂SO₄) concentration in isolating nanocrystalline cellulose (NCC) from kepok banana pseudostem fiber with the best yield and water solubility. In this research, cellulose fiber was delignified with NaOH at 80°C for 5 minutes, then followed by bleaching with hydrogen peroxide (H₂O₂) for 30 minutes twice. NCC was isolated through acid hydrolysis with H₂SO₄ (40%, 45%, 50%, 55% v/v) at 45 °C, 50 °C, 55 °C, 60 °C for 1 hour and ultrasonicated for 5 minutes. NCC crystal was then characterized through Transmission Electron Microscopy (TEM), and water solubility. TEM analysis showed the isolated NCC has a measured length of 125 – 144 nm. The highest NCC yield was obtained at 60°C and 55% H₂SO₄ at 26.75%. This analysis showed that NCC yield increases with increasing H₂SO₄ concentration and hydrolysis temperature. The lowest water solubility obtained is 0%, which shows the purity of the cellulose used to isolate NCC.

Keywords: nanocrystalline cellulose, kepok banana fiber, acid hydrolysis, yield, water solubility

Pendahuluan

Pada tahun 2014, produksi pisang di Indonesia mencapai 7.008.407 ton [1]. Buah dan daun pisang merupakan bagian dari pisang yang umum dimanfaatkan, namun produksi pisang yang melimpah menandakan limbah batang pisang yang banyak pula. Limbah batang pisang yang dibiarkan begitu saja dapat menyebabkan ketidakseimbangan ekosistem dan menyebabkan petani sulit memanen buah yang telah matang [2][3]. Pembakaran limbah batang pisang yang bertumpuk di alam terbuka dapat menyebabkan masalah lingkungan yang serius [3].

Untuk mengatasi masalah tersebut, salah satu upaya yang telah dilakukan untuk memanfaatkan limbah batang pisang tersebut yaitu menjadikannya pakan ternak alternatif [4]. Dalam penelitian ini, serat dari batang pisang dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan nanokristal selulosa (NCC) karena kandungan selulosanya yang tinggi. Serat batang pisang mengandung 50% selulosa, 17% lignin, dan 4% abu, namun komposisi dari serat batang pisang dapat bervariasi [5].

Salah satu metode pembuatan nanokristal selulosa adalah hidrolisis asam, dimana selulosa

diisolasi dari suatu bahan yang mengandung selulosa melalui proses delignifikasi terlebih dahulu, kemudian diikuti dengan reaksi hidrolisis menggunakan suatu asam kuat seperti asam sulfat. Namun, konsentrasi asam dan suhu hidrolisis mempengaruhi kualitas nanoselulosa yang dihasilkan. Menurut studi literatur yang telah dilakukan, konsentrasi asam yang terlalu tinggi akan menyebabkan kehancuran total selulosa [6] sedangkan konsentrasi asam yang terlalu rendah tidak dapat menembus matriks selulosa untuk memulai reaksi hidrolisis [7], sementara suhu yang terlalu tinggi sulit dikendalikan dan suhu yang terlalu rendah membutuhkan waktu yang lebih lama [8]. Untuk mengetahui kondisi operasi yang tepat, perlu dilakukan kajian terhadap konsentrasi asam dan suhu operasi yang optimal untuk menghasilkan nanokristal selulosa dengan *yield* yang tertinggi.

Teori

Serat batang pisang merupakan serat lignoselulosa yang didapat dari bagian pseudo-stem pada suatu tanaman pisang dan merupakan produk limbah dari pengolahan pisang yang tidak dimanfaatkan atau hanya dimanfaatkan sebagian. Serat batang pisang juga memiliki sifat-sifat seperti kekuatan yang tinggi, ringan, sifat ketahanan api, kemampuan penyerapan air yang tinggi dan dapat terdegradasi secara biologis [9]. Tabel 1 menunjukkan komposisi kimia dari serat batang pisang [10].

Tabel 1. Komposisi Kimia Serat Batang Pisang

Komponen	Kadar (%)
Air	96,7
Selulosa	46,3
Hemiselulosa	12,5
Lignin	15,8
Abu	10,7
Pektin	3,9

Istilah nanokristal selulosa (*nanocellulose crystalline* (NCC)) digunakan untuk menyebut nanopartikel selulosa kristal memanjang yang berbentuk seperti tongkat. NCC memiliki potensi tinggi sebagai agen penguat dalam nanokomposit karena ukurannya dan kemungkinan untuk memodifikasi permukaannya secara kimia. NCC konvensional memiliki modulus dan kekakuan yang tinggi yang dapat mencapai 134 GPa. Struktur kristal NCC menunjukkan kekuatan tensil dari 0,8 hingga 10 GPa [11].

Secara umum, metode-metode yang digunakan untuk isolasi NCC terbagi menjadi 2 jenis, yaitu mekanis [12][13][14][15] dan kimia [16][17][18][19]. Isolasi NCC secara mekanis meliputi homogenisasi yang melibatkan serat dipaksakan melewati suatu bukaan yang sangat kecil dengan menggunakan piston

pada tekanan tinggi, penggilingan yang melibatkan serat dilumatkan diantara 2 roda penggiling yang berputar pada kecepatan tinggi, cryocrushing dimana serat selulosa yang beku dihancurkan, dan sonikasi dimana NCC dihasilkan melalui aplikasi gaya hidrodinamis yang dihasilkan oleh alat ultrasound pada serat bahan baku. Metode pembuatan NCC secara kimia yang utama dilakukan yaitu hidrolisis asam, dimana serat dimurnikan terlebih dahulu untuk menghilangkan komponen-komponen yang bukan merupakan selulosa, kemudian diikuti dengan hidrolisis asam untuk memisahkan bagian amorf dan melepaskan NCC [20].

Pada penelitian ini, metode yang digunakan untuk mengisolasi NCC yaitu metode hidrolisis asam, dimana selulosa pertama diisolasi dari serat batang pisang melalui proses pelepasan lignin yang disebut delignifikasi, yang dilakukan dengan perlakuan dengan alkali, yaitu NaOH dan diikuti dengan perlakuan pemutihan (*bleaching*) dengan menggunakan H₂O₂. Selanjutnya selulosa dikonversikan menjadi nanokristal selulosa melalui hidrolisis asam dengan menggunakan H₂SO₄. Asam klorida (HCl) dan H₂SO₄ merupakan dua jenis asam yang biasa digunakan untuk hidrolisis asam. HCl memberikan nanokristal yang mendekati netral dengan kelarutan yang terbatas dalam air, sedangkan H₂SO₄ memberikan produk yang lebih stabil pada jarak pH yang luas [21]. Metode ini mudah dan cepat untuk menghasilkan nanokristal selulosa yang memiliki sifat-sifat yang lebih baik [22].

Metodologi Penelitian

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu serat dari pelepah tengah batang pisang yang tidak terlalu keras namun tidak terlalu lembut sebagai bahan baku persiapan nanokristal selulosa, asam sulfat (H₂SO₄) sebagai agen penghidrolisis, hidrogen peroksida (H₂O₂) sebagai agen *bleaching* dan natrium hidroksida (NaOH) sebagai agen delignifikasi.

Peralatan yang digunakan akan dalam penelitian ini adalah: Corong pemisah, *hot plate*, indikator universal, kertas *Whatman* no.1, membran dialisis, neraca elektrik, oven, *stirrer*, *ultrasonic bath*, wadah dan *water bath*.

Penyiapan Alfa Selulosa

Sebanyak 15 g serat batang pisang yang telah dipotong hingga menjadi serbuk direndam selama 5 menit dalam 10% (b/v) NaOH dengan rasio serat : NaOH sebesar 1 : 20 yang telah dipanaskan hingga suhu 80°C dengan pengadukan konstan. Proses *bleaching* dilakukan dengan menambahkan 60 ml H₂O₂ 30% (v/v) kedalam campuran dan diaduk selama 30 menit. Tahap *bleaching* diulang dua kali hingga menghasilkan campuran sebanyak 420 ml, yang diaduk selama 30 menit pada suhu 80°C. Alfa selulosa

kemudian difiltrasi menggunakan kertas Whatman no.1 dan dicuci dengan menggunakan air hingga mencapai pH netral. Selulosa yang diperoleh kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari hingga mencapai berat konstan.

Analisa Yield

Yield alfa selulosa dan nanokristalin selulosa dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Yield (\%)} = \frac{W_p}{W_1} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Dimana:

W_p = berat produk

W_1 = berat bahan baku

Analisa Zat Larut dalam Air

Sebanyak 0,5 g sampel nanokristalin selulosa dicampurkan dengan 80 ml air distilasi selama 10 menit dengan pengadukan dan kemudian disaring dengan menggunakan kertas Whatman no.1. Campuran kemudian dikeringkan diatas *water bath* pada suhu 100 - 105°C selama 1 jam. Sampel yang telah dikeringkan dibandingkan dengan berat awal sampel. Kadar zat larut dalam air dihitung dengan persamaan:

$$\text{Zat larut dalam air (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \dots\dots\dots(2)$$

Dimana:

W_1 = berat sampel awal

W_2 = berat sampel setelah pengeringan

Hasil

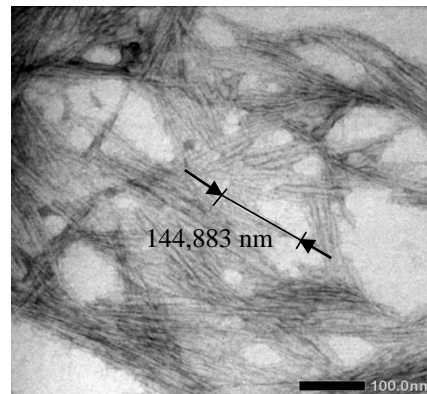
Transmission Electron Microscopy (TEM)

Hasil analisa TEM ditunjukkan pada Gambar 1. Gambar tersebut menunjukkan hasil nanokristal selulosa (NCC) yang memiliki morfologi jarum dengan panjang rata-rata 125,012 nm dan lebar rata-rata 10,448 nm. Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian Pereira, dkk., 2014 [23], dan Zheng, dkk., 2019 [24], yang menyatakan bahwa nanokristal selulosa memiliki bentuk menyerupai batang (*rod*) / jarum (*needle*) dan memiliki ukuran geometri dalam *range* 100 nm hingga 1 – 2 μm , tergantung dari sumber selulosanya.

Nanokristal selulosa yang berbentuk seperti batangan (*rod*) diperoleh melalui proses hidrolisis asam dengan menghilangkan bagian amorf dari rantai selulosa [25]. Hal ini dikarenakan bagian amorf dari selulosa lebih mudah berinteraksi dengan asam dibandingkan dengan bagian kristalinnya yang akan menyebabkan degradasi dari bagian amorf tersebut dan menyisakan bagian kristalinnya [26].

Menurut penelitian Vanhatalo dan Dahl, 2014 [27], peningkatan suhu hidrolisis, konsentrasi asam

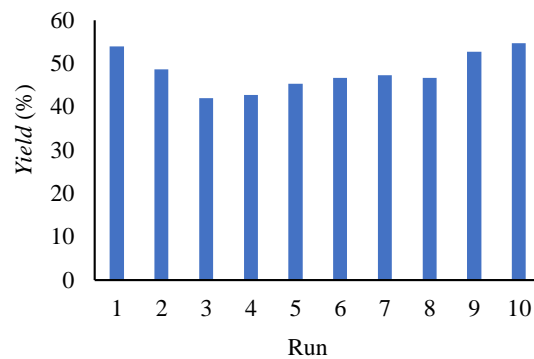
dan waktu hidrolisis hingga suatu batasan tertentu dapat memperkecil ukuran kristal dari selulosa namun memberikan nilai yield yang lebih rendah.



Gambar 1. Analisa TEM dari NCC berbahan dasar serat batang pisang kepok

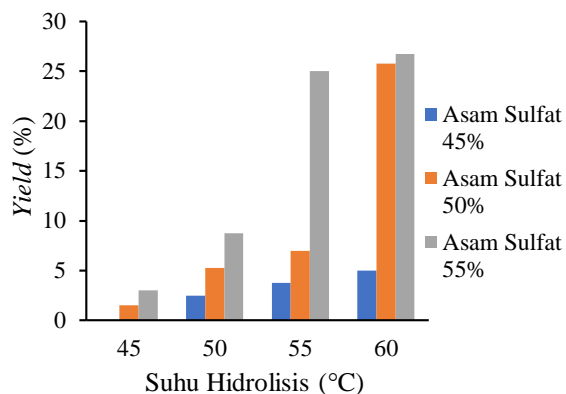
Analisa Yield

Hasil *yield* alfa selulosa dari delignifikasi dan pemutihan (*bleaching*) serat batang pisang menggunakan NaOH dan H₂O₂ dan isolasi NCC dari alfa selulosa melalui hidrolisis asam menggunakan H₂SO₄ ditunjukkan pada Gambar 2 dan 3.



Gambar 2. Yield Alfa Selulosa dari Delignifikasi Serat Batang Pisang Kepok

Dari Gambar 2 didapat nilai yield alfa selulosa dari hasil delignifikasi serat batang pisang dengan NaOH selama 5 menit pada suhu 80°C dan bleaching dengan H₂O₂ selama 60 menit untuk 10 pengulangan, yaitu: 54, 48,67, 42, 42,67, 45,33, 46,67, 47,33, 46,67, 52,67, 54,67, 48,067 %, dengan nilai rata-rata yaitu 48,067%. Hasil ini sesuai dengan teori kadar selulosa dari serat batang pisang oleh Das, dkk., 2018 [28], dan Rahman, dkk., 2018 [29], yang masing-masing menyatakan 44 – 54% dan 48 – 50%.



Gambar 3. Yield NCC dari Hidrolisis Asam Alfa Selulosa

Dari Gambar 3, tampak pada kondisi konsentrasi asam sulfat 40% dan suhu hidrolisis 45, 50, 55, 60°C serta konsentrasi asam sulfat 45% dan suhu hidrolisis 45°C tidak menunjukkan adanya pembentukan gel nanokristalin selulosa. Hal ini dikarenakan kondisi minimum yang diperlukan untuk mengisolasi nanokristalin selulosa adalah dengan konsentrasi asam sulfat 45 – 70 % pada suhu ruangan hingga 70°C [30][31][32][33][34]. Yield NCC tertinggi diperoleh pada suhu hidrolisis 60°C dan konsentrasi asam sulfat 55% dengan nilai 26,75%.

Pada penelitian ini, NCC diisolasi dengan menggunakan metode hidrolisis asam. Ketika serat selulosa diperlakukan dengan asam, asam akan berdifusi pada bagian non-kristalin dari serat selulosa dan menghidrolisis ikatan glikosida. Setelah itu, ikatan glikosida lain dalam selulosa akan terhidrolisis dan akhirnya hidrolisis terjadi pada bagian pereduksi dan pada permukaan nanokristal. Hidrolisis dari grup pereduksi dan permukaan nanokristal akan menyebabkan nanokristal menjadi bermuatan tergantung asam yang digunakan [35]. NCC yang dihasilkan dari metode hidrolisis asam akan mengandung ion sulfat yang dapat memicu reaksi dehidrasi pada NCC yang dihasilkan. Ion sulfat tersebut dapat dipisahkan dari NCC melalui metode dialisis dengan menggunakan membran dialisis [36].

Salah satu faktor yang mempengaruhi *yield* NCC yaitu suhu reaksi. Suhu hidrolisis yang rendah membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama untuk menghasilkan NCC yang dapat membentuk suspensi yang homogen, namun reaksi dari suhu hidrolisis yang tinggi sulit dikendalikan dikarenakan degradasi yang terlalu cepat [8].

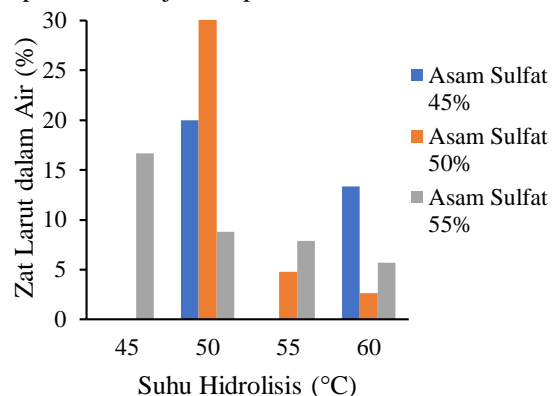
Faktor lain yang mempengaruhi sifat dari nanokristalin selulosa adalah konsentrasi asam, dimana asam yang biasa digunakan adalah asam sulfat. Konsentrasi asam yang terlalu tinggi akan menyebabkan reaksi kekurangan air, sedangkan konsentrasi asam yang terlalu rendah tidak akan dapat memiliki kemampuan penetrasi matriks selulosa yang cukup. Konsentrasi asam yang rendah tidak akan mampu melewati hingga bagian dalam dari selulosa, sehingga hidrolisis dari bagian amorf selulosa tidak

akan berjalan efektif dan menurunkan yield dari nanokristalin selulosa [7].

Faktor terakhir yang mempengaruhi yield dari nanokristalin selulosa ialah perlakuan ultrasonikasi setelah hidrolisis asam. Ultrasonikasi memecah struktur serat selulosa melalui gaya hidrodinamik dari gelombang ultrasonic yang dihasilkan oleh alat ultrasound. Hal ini dapat memecah ikatan hidrogen antarserat sehingga melepaskan nanokristal selulosa [37].

Analisa Zat Larut dalam Air

Hasil analisis zat larut dalam air pada NCC yang diperoleh ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil Analisa Zat Larut dalam Air

Dari Gambar 4, nilai zat larut dalam air terendah yang diperoleh yaitu 0% sementara nilai zat larut dalam air tertinggi yang diperoleh yaitu 33,33% pada suhu hidrolisis 50°C dan konsentrasi asam sulfat 50%. Hal ini dikarenakan selulosa yang digunakan masih mengandung serat alami berupa pektin, gum, dan mucilage [38].

Perlakuan hidrolisis asam dengan menggunakan asam sulfat pada sampel yang masih mengandung residu pektin dapat menyebabkan asam untuk berikatan silang dengan ikatan rantai molekul pektin [39].

Suhu hidrolisis dan konsentrasi asam juga dapat mempengaruhi ikatan pektin yang terbentuk. Suhu hidrolisis yang semakin tinggi akan meningkatkan ikatan pektin yang terbentuk hingga 50°C [40]. Sementara itu, konsentrasi asam yang terlalu tinggi akan menyebabkan degradasi pektin [41]. Hal ini dapat menjelaskan nilai zat larut dalam air pada nanokristalin selulosa yang semakin menurun seiring dengan meningkatnya suhu hidrolisis dan konsentrasi asam.

Kesimpulan

NCC yang terisolasi memiliki bentuk menyerupai jarum dengan panjang rata-rata 125,012 nm dan lebar rata-rata 10,448 nm. Kondisi hidrolisis terbaik diperoleh pada suhu 65°C dan konsentrasi asam sulfat 55%. Hal ini didukung oleh nilai *yield*

yang tertinggi, yaitu 26,75% dan nilai zat larut yang cukup rendah, yaitu 5,71%.

Daftar Pustaka

- [1] T. K. Putri *et al.*, "Pemanfaatan jenis-jenis pisang (banana dan plantain) lokal Jawa Barat berbasis produk sale dan tepung," *Kultivasi*, vol. 14, no. 2, pp. 63–70, 2015.
- [2] A. Mohiuddin, M. K. Saha, M. S. Hossian, and A. Ferdoushi, "Usefulness of Banana (*Musa paradisiaca*) Wastes in Manufacturing of Bio-products: A Review," *Agric.*, vol. 12, no. 1, pp. 148–158, 2014.
- [3] B. S. Padam, H. S. Tin, F. Y. Chye, and M. I. Abdullah, "Banana by-products: an under-utilized renewable food biomass with great potential," *J. Food Sci. Technol.*, vol. 51, no. 12, pp. 3527–3545, 2014.
- [4] I. Sutowo, T. Adelina, and D. Febrina, "Kualitas Nutrisi Silase Limbah Pisang (Batang Dan Bonggol) Dan Level Molases Yang Berbeda Sebagai Pakan Alternatif Ternak Ruminansia," *J. Peternak.*, vol. 13, no. 2, p. 41, 2017.
- [5] N. Reddy and Y. Yang, "Innovative biofibers from renewable resources," *Innov. Biofibers from Renew. Resour.*, pp. 1–454, 2015.
- [6] V. Barbash, O. Yashchenko, and A. Kedrovskaya, "Preparation and Properties of Nanocellulose from Peracetic Flax Pulp," *J. Sci. Res. Reports*, vol. 16, no. 1, pp. 1–10, 2017.
- [7] C. P. Chang, I. C. Wang, K. J. Hung, and Y. S. Perng, "Preparation and characterization of nanocrystalline cellulose by acid hydrolysis of cotton linter," *Taiwan J. For. Sci.*, vol. 25, no. 3, pp. 251–264, 2010.
- [8] X. Li, E. Ding, and G. Li, "A Method of Preparing Spherical Nano-Crystal Cellulose with Mixed Crystalline Forms of Cellulose I and II," *Chinese J. Polym. Sci.*, vol. 19, no. 3, pp. 291–296, 2001.
- [9] R. Bhatnagar, G. Gupta, and S. Yadav, "A Review on Composition and Properties of Banana Fibers," *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 6, no. 5, pp. 143–148, 2015.
- [10] J. S. Jayaprabha, M. Brahmakumar, and V. B. Manilal, "Banana pseudostem characterization and its fiber property evaluation on physical and bioextraction," *J. Nat. Fibers*, vol. 8, no. 3, pp. 149–160, 2011.
- [11] N. A. Rosli, I. Ahmad, and I. Abdullah, "Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from agave *angustifolia* fibre," *BioResources*, vol. 8, no. 2, pp. 1893–1908, 2013.
- [12] S. N. Pentakota, V. V. S. Prasad, K. Ramji, and G. Pusty, "Synthesis of bio-degradable banana nanofibers," *Ijitr*, vol. 2, no. 1, pp. 730–734, 2014.
- [13] M. Rahimi Kord Sofla, R. J. Brown, T. Tsuzuki, and T. J. Rainey, "A comparison of cellulose nanocrystals and cellulose nanofibres extracted from bagasse using acid and ball milling methods," *Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 7, no. 3, 2016.
- [14] A. G. De Souza, F. S. Kano, J. J. Bonvent, and D. Dos Santos Rosa, "Cellulose nanostructures obtained from waste paper industry: A comparison of acid and mechanical isolation methods," *Mater. Res.*, vol. 20, pp. 209–214, 2017.
- [15] B. Wang and M. Sain, "Dispersion of soybean stock-based nanofiber in plastic matrix," *ACS Symp. Ser.*, vol. 938, pp. 187–208, 2006.
- [16] M. Mariño, L. L. Da Silva, N. Durán, and L. Tasic, "Enhanced materials from nature: Nanocellulose from citrus waste," *Molecules*, vol. 20, no. 4, pp. 5908–5923, 2015.
- [17] P. Nascimento, R. Marim, G. Carvalho, and S. Mali, "Nanocellulose produced from rice hulls and its effect on the properties of biodegradable starch films," *Mater. Res.*, vol. 19, no. 1, pp. 167–174, 2016.
- [18] N. H. A. Rahman, B. W. Chieng, N. A. Ibrahim, and N. A. Rahman, "Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from tea leaf waste fibers," *Polymers (Basel)*, vol. 9, no. 11, pp. 1–11, 2017.
- [19] H. Tibolla, F. M. Pelissari, J. T. Martins, A. A. Vicente, and F. C. Menegalli, "Cellulose nanofibers produced from banana peel by chemical and mechanical treatments: Characterization and cytotoxicity assessment," *Food Hydrocoll.*, vol. 75, pp. 192–201, 2018.
- [20] H. Kargarzadeh, M. Ioelovich, I. Ahmad, S. Thomas, and A. Dufresne, "Methods for Extraction of Nanocellulose from Various Sources," *Handb. Nanocellulose Cellul. Nanocomposites*, pp. 1–49, 2017.
- [21] M. T. Islam, M. M. Alam, A. Patrucco, A. Montarsolo, and M. Zoccola, "Preparation of nanocellulose: A review," *AATCC J. Res.*, vol. 1, no. 5, pp. 17–23, 2014.
- [22] W. T. Wulandari, A. Rochliadi, and I. M. Arcana, "Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 107, no. 1.
- [23] A. L. S. Pereira *et al.*, "Improvement of polyvinyl alcohol properties by adding nanocrystalline cellulose isolated from banana pseudostems," *Carbohydr. Polym.*, vol. 112, pp. 165–172, 2014.
- [24] D. Zheng, Y. Zhang, Y. Guo, and J. Yue, "Isolation and Characterization of Nanocellulose with a Novel Shape from Walnut (*Juglans Regia* L.) Shell Agricultural Waste," *Polymers (Basel)*, vol. 11, no. 7, pp.

- 1–14, 2019.
- [25] A. H. Bhat, Y. K. Dasan, I. Khan, H. Soleimani, and A. Usmani, "Application of nanocrystalline cellulose: Processing and biomedical applications," *Cellul. Nanofibre Compos. Prod. Prop. Appl.*, no. November, pp. 215–240, 2017.
- [26] H. Xie, H. Du, X. Yang, and C. Si, "Recent Strategies in Preparation of Cellulose Nanocrystals and Cellulose Nanofibrils Derived from Raw Cellulose Materials," *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2018, 2018.
- [27] K. M. Vanhatalo and O. P. Dahl, "Effect of Mild Acid Hydrolysis Parameters on Properties of Microcrystalline Cellulose," *BioResources*, vol. 9, no. 3, pp. 4729–4740, 2014.
- [28] S. Das, M. Rahman, and M. Hasan, "Physico-Mechanical Properties of Pineapple Leaf and Banana Fiber Reinforced Hybrid Polypropylene Composites: Effect of Fiber Ratio and Sodium Hydroxide Treatment," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 438, no. 1, 2018.
- [29] M. Rahman, S. Das, and M. Hasan, "Mechanical properties of chemically treated banana and pineapple leaf fiber reinforced hybrid polypropylene composites," *Adv. Mater. Process. Technol.*, vol. 4, no. 4, pp. 527–537, 2018.
- [30] Y. Habibi, L. A. Lucia, and O. J. Rojas, "Cellulose nanocrystals: Chemistry, self-assembly, and applications," *Chem. Rev.*, vol. 110, no. 6, pp. 3479–3500, 2010.
- [31] M. Ioelovich, "Study of Cellulose Interaction with Concentrated Solutions of Sulfuric Acid," *ISRN Chem. Eng.*, vol. 2012, pp. 1–7, 2012.
- [32] M. Ioelovich and A. Leykin, "Microcrystalline Cellulose : Nano-Structure Formation," *Cellul. Chem. Technol.*, vol. 40, no. 5, pp. 313–317, 2006.
- [33] M. Ioelovich, "Cellulose as a nanostructured polymer: A short review," *BioResources*, vol. 3, no. 4, pp. 1403–1418, 2008.
- [34] L. Yang and J. R. Arthur, "Cellulose Nano Whiskers as a Reinforcing Filler in Polyurethanes," *Adv. Divers. Ind. Appl. Nanocomposites*, pp. 17–32, 2011.
- [35] M. Börjesson and G. Westman, "Crystalline Nanocellulose - Preparation, Modification, and Properties," in *Cellulose - Fundamental Aspects and Current Trends*, 2015, pp. 159–191.
- [36] H. Yu, Z. Qin, B. Liang, N. Liu, Z. Zhou, and L. Chen, "Facile extraction of thermally stable cellulose nanocrystals with a high yield of 93% through hydrochloric acid hydrolysis under hydrothermal conditions," *J. Mater. Chem. A*, vol. 1, no. 12, pp. 3938–3944, 2013.
- [37] Z. Hu, R. Zhai, J. Li, Y. Zhang, and J. Lin, "Preparation and Characterization of Nanofibrillated Cellulose from Bamboo Fiber via Ultrasonication Assisted by Repulsive Effect," *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2017, 2017.
- [38] D. Dhingra, M. Michael, H. Rajput, and R. T. Patil, "Dietary fibre in foods: A review," *J. Food Sci. Technol.*, vol. 49, no. 3, pp. 255–266, 2012.
- [39] H. M. Wang, R. Postle, R. W. Kessler, and W. Kessler, "Removing Pectin and Lignin During Chemical Processing of Hemp for Textile Applications," *Text. Res. J.*, vol. 73, no. 8, pp. 664–669, 2003.
- [40] S. Y. Chan and W. S. Choo, "Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks," *Food Chem.*, vol. 141, no. 4, pp. 3752–3758, 2013.
- [41] G. O. Locatelli, L. Finkler, and C. L. L. Finkler, "Comparison of acid and enzymatic hydrolysis of pectin, as inexpensive source to cell growth of *Cupriavidus necator*," *An. Acad. Bras. Cienc.*, vol. 91, no. 2, p. e20180333, 2019.