

The Effect of Delignification and Hydrolysis Process on Isolated Cellulose from Saba Banana Fruit Peel (*Musa acuminata* × *balbisiana*)

Pengaruh Proses Delignifikasi dan Hidrolisis terhadap selulosa Hasil Isolasi dari Kulit Pisang Kepok (*Musa acuminata* × *balbisiana*)

Annisa Fauzana*¹, Nadira Putri², Wahyu Margi Sidoretno³

¹Fakultas Farmasi, Universitas Andalas, Padang, Indonesia

²Program Studi DIII Analisis Farmasi dan Makanan, Universitas Abdurrah, Pekanbaru, Indonesia

³Fakultas Farmasi dan Ilmu Kesehatan, Universitas Abdurrah, Pekanbaru, Indonesia³

Email: annisafauzana@phar.unand.ac.id

Article Info

Article history

Received date: 2022-11-29

Revised date: 2022-12-07

Accepted date: 2023-01-17



Abstract

Musa acuminata × *balbisiana* fruit peel is a waste that can be utilized to produce a biodegradable, non-toxic, and stable natural cellulose. Cellulose characteristics depend on their isolation process, such as delignification and hydrolysis process, and their natural sources. This research aims to determine the effect of different delignification and hydrolysis process on characteristic of isolated cellulose from *Musa acuminata* × *balbisiana* fruit peel. The isolation was conducted by different delignification process, which used sodium hydroxide with heating at 80 °C for 20 and 30 minutes, and hydrolysis process using chloric acid and sulfuric acid. The isolated cellulose then was characterized using spectrophotometer FT-IR. The result showed that there were a decrease in absorption intensity, wave number shifts, and some missing peaks of the isolated cellulose by the delignification and hydrolysis process compared to the standard cellulose used.

Keywords:

Musa acuminata × *balbisiana*; cellulose; hydrolysis; delignification

Abstrak

Kulit buah pisang *Musa acuminata* × *balbisiana* merupakan salah satu limbah yang dapat diolah untuk mendapatkan selulosa yang merupakan polimer alami dengan sifat mampu mengalami biodegradasi, tidak toksik dan stabil. Karakteristik selulosa dapat dipengaruhi oleh proses delignifikasi, proses hidrolisis, dan sumber selulosa. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengarakterisasi selulosa dari kulit buah *Musa acuminata* × *balbisiana* dengan proses delignifikasi dan hidrolisis yang berbeda. Pada penelitian ini, proses delignifikasi dilakukan dengan penambahan natrium hidroksida dan pemanasan pada suhu 80° C selama 20 dan 30 menit dan proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan asam klorida dan asam sulfat. Selulosa hasil isolasi kemudian ditentukan rendemennya dan karakteristiknya menggunakan spektrofotometer FT-IR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa terdapat perbedaan rendemen dan karakteristik selulosa yang diisolasi dengan proses delignifikasi dan hidrolisis yang berbeda. Terdapat penurunan intensitas penyerapan, pergeseran bilangan gelombang, dan tidak munculnya beberapa puncak pada selulosa hasil isolasi dibandingkan dengan standar.

Kata Kunci:

Musa acuminata X *balbisiana*, selulosa, hidrolisis, delignifikasi

PENDAHULUAN

Selulosa merupakan komponen terbanyak yang terkandung dalam kebanyakan tumbuhan, sehingga menjadi sumber polimer utama dari bahan yang dapat diperbaharui, yang tersusun atas gugus hidroksil yang mengakibatkan terbentuknya ikatan hidrogen yang kuat [1]. Selulosa menjadi bahan penting dalam pengembangan polimer karena selulosa merupakan makromolekul yang tersusun atas gugus glukosa berulang dengan struktur, reaktivitas, dan kegunaan yang spesifik dan sekaligus sangat luas dan beragam [2]. Kemampuan reaksi dan sifat selulosa ditentukan oleh proses isolasi yang digunakan, jumlah ikatan hidrogen inter- dan intra molekuler, panjang rantai, persebaran panjang rantai, kristalinitas dan persebaran gugus fungsi pada sepanjang rantai polimer [3], [4], [5].

Pada tumbuhan, selulosa terdapat pada dinding sel dan berperan dalam menjaga kekakuan dinding sel [6]. Salah satu bagian tumbuhan yang memiliki potensi sebagai sumber selulosa adalah kulit pisang, di mana tanaman pisang, seperti *Musa acuminata* × *balbisiana*, menjadi salah satu agro-industri utama dan menghasilkan kulit pisang sebagai limbah [7]. Isolasi dari bahan alam ini diharapkan akan menghasilkan selulosa sebagai polimer alami yang dapat mengalami biodegradasi dengan sumber bahan yang mudah didapatkan, dan bersifat non-toksik dan stabil [8], sehingga dapat digunakan oleh berbagai bidang, salah satunya pada bidang kefarmasian.

Terdapat beberapa metode yang digunakan untuk isolasi selulosa dari bahan alam, seperti hidrolisis menggunakan asam atau basa. Proses hidrolisis diawali dengan delignifikasi. Walaupun pengaruh delignifikasi terhadap struktur selulosa belum diketahui secara menyeluruh, tetapi diketahui bahwa delignifikasi secara kimia mengakibatkan perubahan pada jaringan, sel, dan struktur dinding sel tumbuhan. Selain penggunaan

delignifikasi kimia memiliki afinitas yang tinggi terhadap selulosa atau lignin, penggunaan bahan ini juga dapat mempengaruhi struktur hemiselulosa yang berdekatan dengan lignin [9]. Sehingga proses delignifikasi dapat mempengaruhi selulosa hasil isolasi dari bahan alam.

Beberapa asam dapat digunakan pada proses hidrolisis, seperti kuat (seperti: asam klorida dan asam sulfat) dan asam organik (seperti: asam sitrat dan asam maleat). Akan tetapi, penggunaan asam sulfat untuk hidrolisis diketahui dapat menghilangkan struktur amorf pada selulosa [10], sedangkan penggunaan asam sitrat mendapatkan rendemen yang rendah [11]. Asam klorida merupakan asam kuat yang paling umum digunakan untuk proses hidrolisis pada isolasi selulosa [12]. Selain jenis asam atau basa yang digunakan, lama waktu hidrolisis diperkirakan berpengaruh terhadap kristalinitas selulosa dan kemampuannya untuk membentuk suspensi di dalam air [1]. Pada penelitian ini, akan diisolasi selulosa dari kulit pisang kapok (*Musa acuminata* × *balbisiana*) menggunakan dua jenis asam kuat yaitu asam klorida dan asam sulfat dengan variasi waktu delignifikasi. Karakteristik masing-masing selulosa yang diperoleh kemudian dilihat menggunakan FTIR.

METODE

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas, *hot plate stirrer*, dan spektrofotometer FT-IR. Sedangkan bahan yang digunakan adalah sampel kulit *Musa acuminata* × *balbisiana*, mikrokristalin selulosa, asam klorida 2 N, asam sulfat 2 N, natrium hipoklorit 5%, natrium hidroksida, etanol, iodin 2%, asam asetat 0,5 N, dan air suling.

Prosedur Kerja

Penyiapan sampel

Sebanyak 4000 g sampel dicuci hingga bersih untuk membersihkan kulit dari kotoran yang menempel pada kulit pisang kepok. Lalu sampel dipotong kecil-kecil untuk mempercepat proses pengeringan dan dikeringkan pada suhu kamar. Pengeringan dilakukan untuk mengurangi kadar air sehingga menjamin mutu dalam penyimpanan dan mencegah pertumbuhan jamur. Simplisia yang didapat kemudian diserbuk menggunakan blender sebelum dilakukan proses isolasi. Tujuan dari pengecilan ukuran simplisia ini adalah untuk meningkatkan luas permukaan padatan sehingga meningkat pula persentuhan cairan penyari dengan sampel [13].

Isolasi selulosa

Selulosa pada sampel diisolasi dengan tahapan delignifikasi, *bleaching* dan hidrolisis. Sebanyak 10 gram sampel didelignifikasi menggunakan natrium hidroksida 1M (120 ml) pada suhu 80°C selama 20 dan 30 menit, yang kemudian disaring dan dicuci hingga filtrat jernih. Masing-masing residu yang diperoleh kemudian *dibleaching* menggunakan 140 ml natrium hipoklorit 5% (v/v) pada suhu 80°C selama 18 menit, lalu disaring dan dicuci hingga filtrat jernih. Selanjutnya residu dihidrolisis dengan perlakuan dua jenis asam kuat asam klorida 2 N dan asam sulfat 2 N. Proses hidrolisis dilakukan dengan menambahkan sampel hasil delignifikasi dan *bleaching* dengan 61 ml asam klorida 2 N, kemudian dilakukan pengadukan dengan *hot plate stirrer* selama 30 menit pada suhu kamar. Suspensi selulosa dari limbah kulit pisang dalam asam kuat kemudian disaring dan residu dicuci hingga pH filtrat mencapai 7. Selanjutnya selulosa dikeringkan pada suhu 50°C selama 24 jam, kemudian ditimbang berat akhirnya. Tahapan hidrolisis yang sama dilakukan untuk perlakuan jenis asam sulfat 2 N. Jumlah selulosa yang didapatkan kemudian dihitung rendemennya [14].

Analisis selulosa menggunakan spektrofotometer FTIR

Sebanyak 0,2 mg selulosa dicampur dengan 2 mg KBr dan dibentuk menjadi pellet. Kemudian sampel dianalisis pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari proses isolasi yang dilakukan, didapatkan selulosa yang berwarna putih kecokelatan pada seluruh perlakuan (Gambar 1) dengan rendemen paling tinggi didapatkan pada hidrolisis menggunakan asam sulfat dengan delignifikasi selama 30 menit (Tabel 1). Hasil karakterisasi selulosa hasil isolasi menggunakan spektrofotometer FT-IR dapat dilihat pada Tabel 2.



Gambar 1. Hasil isolasi selulosa dari sampel kulit *Musa acuminata* × *balbisiana*

Tabel 1. Nilai rendemen hasil isolasi selulosa pada keempat perlakuan sampel

	Nilai Rendemen (%)	
	Asam klorida	Asam sulfat
Delignifikasi 20 menit	22	42
Delignifikasi 30 menit	31	35

Tabel 2. Bilangan gelombang selulosa hasil isolasi dan pembandingan mikrokristalin selulosa

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)				
	MCS	HCl20	HCl30	AS20	AS30
-OH	3331	3604	3641	3609	3475
					3283
C-C	2894	2917	2917	2870	2916
H ₂ O	1633	1604	1645	1653	1653
-CH ₂ ,	1428	1465	-	1411	-
	1367	1369	-	-	1378
-CH,	1334	-	1338	-	1234
-OH,	1027	1019	-	1118	1045
C-O	896	887	868	888	896
SK	1420-	1465	-	1411	-
	1430				
SA	897	-	-	-	-

Dari hasil isolasi, didapatkan rendemen selulosa kecil dari 50%, yang kemungkinan disebabkan oleh proses delignifikasi menggunakan basa kuat pada panas tinggi dan *bleaching* menggunakan natrium hipoklorit. Penggunaan natrium hipoklorit pada awal isolasi penting untuk melepaskan lignin, di mana di alam serat merupakan komposit yang terdiri dari selulosa, lignin, dan hemiselulosa [15]. Akan tetapi, diketahui penggunaan natrium hipoklorit juga akan menurunkan kadar selulosa dan lignin pada sampel bahan alam [1].

Selulosa memiliki regangan spesifik pada bilangan gelombang tertentu. Puncak pada bilangan gelombang rentang 3660 – 2900 cm⁻¹ (Tabel 2) merupakan karakteristik yang menunjukkan getaran ikatan O-H dan C-H pada polisakarida. Puncak 3331 cm⁻¹ dikarakterisasikan sebagai getaran gugus -OH pada polisakarida. Selanjutnya, puncak pada bilangan gelombang 2894 cm⁻¹ menunjukkan regangan -CH seluruh konstituen hidrokarbon pada polisakarida. Selulosa juga memberikan puncak pada rentang bilangan gelombang 1630 – 900 cm⁻¹ (Tabel 2), di mana puncak pada bilangan gelombang

1633 cm⁻¹ menandakan adanya getaran molekul air yang diserap oleh selulosa [16], [17]. Selanjutnya, selulosa memberikan puncak pada bilangan gelombang 1428, 1367, 1334, 1027 cm⁻¹ dan 896 cm⁻¹ yang menandakan adanya getaran peregangan dan penekukan oleh ikatan -CH₂ dan -CH, -OH dan C-O [18][19]. Jumlah struktur kristal pada selulosa ditandai dengan munculnya puncak pada bilangan gelombang rentang 1420 – 1430 cm⁻¹, dan struktur amorf ditandai pada bilangan gelombang 897 cm⁻¹ [2].

Perbedaan waktu delignifikasi dan proses hidrolisis mempengaruhi hasil isolasi selulosa. Secara umum, selulosa hasil isolasi memiliki karakteristik serapan IR sesuai dengan pembandingan, walaupun terdapat beberapa perbedaan seperti pada pergeseran dan intensitas puncak. Pada sampel, penyerapan terjadi pada rentang bilangan gelombang 3660 – 2800 cm⁻¹ dan 1650 – 400 cm⁻¹ (Tabel 2). Ditemukan perbedaan intensitas pada beberapa bilangan gelombang serta terdapat puncak baru atau tidak adanya regangan yang muncul jika dibandingkan dengan spektrum mikrokristalin selulosa. Bilangan gelombang dan puncak selulosa pada FTIR dapat mengalami pergeseran dengan berbedanya sumber selulosa yang digunakan [20].

Pada hasil isolasi menggunakan asam klorida dengan delignifikasi selama 20 dan 30 menit terdapat puncak pada bilangan gelombang 3604 dan 3641 cm⁻¹ dan isolasi menggunakan asam sulfat 20 dan 30 menit pada 3609 dan 3475 cm⁻¹, yang menandakan adanya regangan O-H pada selulosa hasil isolasi. Ikatan hidrogen berperan penting pada berbagai sifat selulosa, lignin, dan serat dari alam [5], [21]. Diperkirakan terdapat kandungan lignin pada hasil isolasi menggunakan asam klorida selama 20 dan 30 menit, dan asam sulfat selama 20 menit karena regangan 3500 – 3600 cm⁻¹ kemungkinan

menunjukkan adanya ikatan hidrogen dari gugus fenol pada lignin [22]. Selain pada bilangan gelombang 3342 cm^{-1} , regangan ikatan hidrogen pada selulosa juga ditunjukkan dengan adanya serapan pada rentang bilangan gelombang $3400 - 3500\text{ cm}^{-1}$ seperti yang juga ditemukan pada selulosa hasil isolasi menggunakan asam sulfat dengan waktu delignifikasi selama 30 menit, yaitu pada 3475 cm^{-1} [2]. Ikatan hidrogen merupakan salah satu ikatan pada selulosa yang mempengaruhi sifat fisika dan kimia dari selulosa tersebut. Kekuatan ikatan hidrogen tergantung pada jumlahnya dalam suatu senyawa yang tersusun berdasarkan pola tertentu, karena ikatan hidrogen tunggal merupakan ikatan yang lemah dan dapat dibentuk dan diputuskan dengan mudah. Ketika suatu ikatan hidrogen diputuskan, ikatan tersebut dapat dibentuk kembali yang menunjukkan fleksibilitas struktur suatu bahan, seperti pada selulosa [23].

Terdapat perbedaan area serapan pada selulosa hasil isolasi jika dibandingkan dengan standar pada rentang bilangan gelombang $1650 - 400\text{ cm}^{-1}$ (Tabel 2) yang menggambarkan regangan $-\text{CH}_2$, $-\text{CH}$, $-\text{OH}$, dan $\text{C}-\text{O}$ pada selulosa [20]. Di mana selulosa hasil isolasi menggunakan asam klorida selama 20 menit dan asam sulfat selama 30 menit menunjukkan karakteristik paling mendekati karakteristik selulosa pembanding. Sedangkan, hasil isolasi menggunakan hidrolisis asam klorida dengan delignifikasi selama 30 menit dan asam sulfat selama 20 menit menunjukkan hilangnya beberapa puncak, seperti pada 1428 , 1367 , dan 1027 cm^{-1} untuk hidrolisis asam klorida dengan delignifikasi selama 30 menit dan pada 1367 dan 1334 cm^{-1} untuk hidrolisis asam sulfat selama 20 menit. Sedangkan, pergeseran bilangan gelombang dan penurunan intensitas penyerapan terjadi pada seluruh hasil isolasi dengan metode yang dicobakan.

Tidak munculnya puncak pada beberapa perlakuan kemungkinan salah satunya

disebabkan oleh penguraian selulosa yang dipicu oleh hidrolisis menggunakan asam sulfat jika dilakukan pada suhu tinggi, karena selulosa memiliki keterbatasan stabilitas pada suhu tinggi [24]. Degradasi ini dapat dihambat dengan menggunakan asam encer atau dengan hidrolisis pada suhu rendah, akan tetapi rendemen selulosa yang didapatkan dengan metode ini akan sangat rendah [25].

Pada selulosa hasil isolasi, tidak ditemukan adanya serapan pada bilangan gelombang 897 cm^{-1} dan pada rentang $1420 - 1430\text{ cm}^{-1}$ yang dipengaruhi oleh komposisi struktur amorf dan kristalin pada selulosa tersebut. Perbedaan ini mempengaruhi tingginya kekuatan regangan dan stabilitas termal selulosa [26]. Selulosa dari sampel kemungkinan mengandung hemiselulosa yang tinggi yang dihubungkan dengan kelembapan selulosa yang akhirnya mempengaruhi sifat degradasi. Serat yang mengandung hemiselulosa yang tinggi akan menyerap kelembapan yang tinggi dan dapat terdegradasi pada suhu yang rendah [2], [27]. Hilangnya struktur amorf ini juga dimungkinkan karena putusanya ikatan glikosida selama proses hidrolisis menggunakan asam sulfat, sedangkan bagian kristal akan tetap utuh [12]. Tidak adanya struktur amorf akan mengakibatkan perubahan indeks kristalinitas, struktur morfologi permukaan, dan stabilitas termal suatu serat [28]. Kehilangan struktur amorf ini kemungkinan disebabkan oleh interaksi antara penghubung β -glikosida dan unit-unit glukosa pada selulosa [29].

Pada beberapa bahan alam diketahui bahwa kristalinitas selulosa akan meningkat dengan semakin lamanya waktu hidrolisis [1]. Pada selulosa hasil isolasi ditemukan terdapat pergeseran puncak struktur kristalin menjadi 1465 cm^{-1} menggunakan asam klorida dengan delignifikasi selama 20 menit dan 1411 cm^{-1} menggunakan asam sulfat selama 20 menit. Sedangkan dari

kedua perlakuan lain tidak ditemukan adanya puncak yang menandakan struktur kristalin pada selulosanya. Lamanya waktu paparan selulosa terhadap asam kuat dapat menurunkan kristalinitas selulosa karena struktur kristalin dapat mengalami hidrolisis sehingga mengakibatkan perubahan struktur, yang menjadi salah satu kekurangan jika menggunakan asam kuat pada proses hidrolisis [30]. Selain itu, derajat kristalinitas dan ukuran area kristalin pada selulosa tergantung pada jenis bahan sumber selulosa dan proses isolasi. Dengan menurunnya indeks kristalinitas serat, maka kekakuan dan kekuatan regangan serat juga menurun [12].

SIMPULAN

Selulosa dan diisolasi dari kulit *Musa acuminata* × *balbisiana* menggunakan basa natrium hidroksida pada proses delignifikasi dan asam klorida dan asam sulfat pada proses hidrolisis dengan rendemen lebih dari 20%. Lama waktu pemanasan pada delignifikasi dan hidrolisis berpengaruh terhadap karakter selulosa hasil isolasi jika dibandingkan dengan standar mikrokristalin selulosa. Salah satu perbedaan mendasar adalah tidak ditemukannya struktur amorf pada keempat perlakuan dan tidak ada struktur kristalin pada hidrolisis asam klorida dengan pemanasan delignifikasi selama 30 menit dan asam sulfat selama 20 menit. Sedangkan pada kedua proses lainnya ditemukan pergeseran puncak pada karakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. A. Ilyas *et al.*, “Effect of hydrolysis time on the morphological, physical, chemical, and thermal behavior of sugar palm nanocrystalline cellulose (*Arenga pinnata* (Wurmb.) Merr),” *Text. Res. J.*, vol. 91, no. 1–2, pp. 152–167, 2021.
- [2] M. Poletto, H. L. Ornaghi Júnior, and A. J. Zattera, “Native cellulose: Structure,

characterization and thermal properties,” *Materials (Basel)*., vol. 7, no. 9, pp. 6105–6119, 2014.

- [3] M. Åkerholm, B. Hinterstoisser, and L. Salmén, “Characterization of the crystalline structure of cellulose using static and dynamic FT-IR spectroscopy,” *Carbohydr. Res.*, vol. 339, no. 3, pp. 569–578, 2004.
- [4] D. Klemm, B. Heublein, H. P. Fink, and A. Bohn, “Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material,” *Angew. Chemie - Int. Ed.*, vol. 44, no. 22, pp. 3358–3393, 2005.
- [5] S. Y. Oh *et al.*, “Crystalline structure analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide by means of X-ray diffraction and FTIR spectroscopy,” *Carbohydr. Res.*, vol. 340, no. 15, pp. 2376–2391, 2005.
- [6] F. Hemmati, S. M. Jafari, M. Kashaninejad, and M. Barani Motlagh, “Synthesis and characterization of cellulose nanocrystals derived from walnut shell agricultural residues,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 120, pp. 1216–1224, 2018.
- [7] R. Zuluaga, J. L. Putaux, J. Cruz, J. Vélez, I. Mondragon, and P. Gañán, “Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 76, no. 1, pp. 51–59, 2009.
- [8] P. Tingaut, T. Zimmermann, and G. Sèbe, “Cellulose nanocrystals and microfibrillated cellulose as building blocks for the design of hierarchical functional materials,” *J. Mater. Chem.*, vol. 22, no. 38, pp. 20105–20111, 2012.
- [9] T. Keplinger, F. K. Wittel, M. Rüggeberg, and I. Burgert, “Wood Derived Cellulose Scaffolds—

- Processing and Mechanics,” *Adv. Mater.*, vol. 33, no. 28, pp. 1–19, 2021.
- [10] R. A. Ilyas, S. M. Sapuan, and M. R. Ishak, “Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from sugar palm fibres (*Arenga Pinnata*),” *Carbohydr. Polym.*, vol. 181, no. October 2017, pp. 1038–1051, 2018.
- [11] W. Liu *et al.*, “Highly Efficient and Sustainable Preparation of Carboxylic and Thermostable Cellulose Nanocrystals via FeCl₃-Catalyzed Innocuous Citric Acid Hydrolysis,” *ACS Sustain. Chem. Eng.*, vol. 8, no. 44, pp. 16691–16700, 2020.
- [12] D. Trache, M. H. Hussin, M. K. M. Haafiz, and V. K. Thakur, “Recent progress in cellulose nanocrystals: Sources and production,” *Nanoscale*, vol. 9, no. 5, pp. 1763–1786, 2017.
- [13] A. Fauzana, R. Rohmawati, and M. A. Herly, “Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kulit *Garcinia Mangostana* L. Pada Variasi Suhu Pengeringan,” *JOPS (Journal Pharm. Sci.)*, vol. 4, no. 2, pp. 37–43, 2021.
- [14] M. Jonoobi *et al.*, “Different preparation methods and properties of nanostructured cellulose from various natural resources and residues: a review,” *Cellulose*, vol. 22, no. 2, pp. 935–969, 2015.
- [15] A. Dufresne, “Nanocellulose: A new ageless bionanomaterial,” *Mater. Today*, vol. 16, no. 6, pp. 220–227, 2013.
- [16] M. Poletto, V. Pistor, M. Zeni, and A. J. Zattera, “Crystalline properties and decomposition kinetics of cellulose fibers in wood pulp obtained by two pulping processes,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 96, no. 4, pp. 679–685, 2011.
- [17] M. F. Rosa *et al.*, “Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 81, no. 1, pp. 83–92, 2010.
- [18] K. Fackler, J. S. Stevanic, T. Ters, B. Hinterstoisser, M. Schwanninger, and L. Salmén, “FT-IR imaging microscopy to localise and characterise simultaneous and selective white-rot decay within spruce wood cells,” *Holzforschung*, vol. 65, no. 3, pp. 411–420, 2011.
- [19] F. Xu, J. Yu, T. Tesso, F. Dowell, and D. Wang, “Qualitative and quantitative analysis of lignocellulosic biomass using infrared techniques: A mini-review,” *Appl. Energy*, vol. 104, pp. 801–809, 2013.
- [20] V. Hospodarova, E. Singovszka, and N. Stevulova, “Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials,” *Am. J. Anal. Chem.*, vol. 09, no. 06, pp. 303–310, 2018.
- [21] M. C. Popescu, C. M. Popescu, G. Lisa, and Y. Sakata, “Evaluation of morphological and chemical aspects of different wood species by spectroscopy and thermal methods,” *J. Mol. Struct.*, vol. 988, no. 1–3, pp. 65–72, 2011.
- [22] C. M. Popescu, M. C. Popescu, and C. Vasile, “Structural changes in biodegraded lime wood,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 79, no. 2, pp. 362–372, 2010.
- [23] M. Wohler, T. Bensefelt, L. Wågberg, I. Furó, L. A. Berglund, and J. Wohler, “Cellulose and the role of hydrogen bonds: not in charge of everything,” *Cellulose*, vol. 29, no. 1, pp. 1–23, 2022.
- [24] B. A. Frost and E. Johan Foster, “Isolation of thermally stable cellulose nanocrystals from spent coffee grounds via phosphoric acid hydrolysis,” *J. Renew. Mater.*, vol. 8, no. 2, pp. 187–203, 2020.
- [25] J. Lazko *et al.*, “Acid-free extraction

- of cellulose type I nanocrystals using Brønsted acid-type ionic liquids,” *Nanocomposites*, vol. 2, no. 2, pp. 65–75, 2016.
- [26] E. Gümüşkaya, M. Usta, and H. Kirci, “The effects of various pulping conditions on crystalline structure of cellulose in cotton linters,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 81, no. 3, pp. 559–564, 2003.
- [27] H. L. Ornaghi, M. Poletto, A. J. Zattera, and S. C. Amico, “Correlation of the thermal stability and the decomposition kinetics of six different vegetal fibers,” *Cellulose*, vol. 21, no. 1, pp. 177–188, 2014.
- [28] R. M. Sheltami, I. Abdullah, I. Ahmad, A. Dufresne, and H. Kargarzadeh, “Extraction of cellulose nanocrystals from mengkuang leaves (*Pandanus tectorius*),” *Carbohydr. Polym.*, vol. 88, no. 2, pp. 772–779, 2012.
- [29] F. Luzi *et al.*, “Optimized extraction of cellulose nanocrystals from pristine and carded hemp fibres,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 56, pp. 175–186, 2014.
- [30] J. Geboers, S. Van de Vyver, K. Carpentier, P. Jacobs, and B. Sels, “Efficient hydrolytic hydrogenation of cellulose in the presence of Ru-loaded zeolites and trace amounts of mineral acid,” *Chem. Commun.*, vol. 47, no. 19, pp. 5590–5592, 2011.