

Pengembangan *Acetylated Cellulose Nanofibers* dari *Microcrystalline Cellulose*: Studi Perubahan Gugus Fungsi dan Indeks Kristalinitas melalui Asetilasi dan Nanofibrilasi

Risda Azizah Hasn¹, Kusmono¹

Universitas Gadjah Mada

DOI: <https://10.47134/jme.v1i1.2192>

*Correspondensi: Kusmono

Email: kusmono@ugm.ac.id

Published: 25 January 2024



Copyright: © 2024 by the authors. Submitted for open access publication under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)

Abstrak: Cellulose nanofiber (CNF) memiliki potensi yang menjanjikan sebagai penguat dalam nanokomposit bermatriks polimer. CNF bersifat polar atau hidropilik akibat memiliki banyak gugus hidroksil. Ketika partikel CNF digabungkan dengan matriks polimer non polar maka CNF sulit tersebar secara merata dan cenderung aglomerasi akibat perbedaan polaritas sehingga efek penguatan dari CNF terbatas. Untuk mengatasi masalah tersebut maka perlu dilakukan modifikasi permukaan CNF secara kimiawi. Asetilasi adalah salah satu metode modifikasi permukaan CNF yang paling banyak digunakan untuk meningkatkan kompatibilitas antara matriks polimer non polar dengan CNF. Melalui proses asetilasi maka sebagian gugus hidroksil dari CNF diganti dengan gugus asetil yang bersifat hidropobik. Selanjutnya CNF hasil proses asetilasi dikenal sebagai CNF terasetilasi (acetylated cellulose nanofibers atau ACNF). Proses asetilasi dilakukan dengan mula-mula mencampurkan partikel microcrystalline

cellulose (MCC) ke dalam larutan acetic anhydride sebanyak 75 mL. Selanjutnya, campuran tersebut diaduk menggunakan high-speed blender selama 30 menit untuk terjadinya proses nanofibrilasi dari MCC. Di dalam penelitian ini, pengaruh proses asetilasi dan nanofibrilasi terhadap karakteristik ACNF dipelajari melalui studi perubahan struktur kimia menggunakan ATR-FTIR dan indeks kristalinitas menggunakan XRD. Hasil analisis ATR-FTIR menampilkan bahwa terdapat 3 puncak baru pada spektrum ACNF yaitu pada 1720, 1369, dan 1203 cm⁻¹ yang membuktikan bahwa terjadi perubahan struktur selulosa setelah diberikan perlakuan asetilasi. Hasil dari XRD menunjukkan bahwa perlakuan permukaan asetilasi dan nanofibrilasi dengan high-speed blender meningkatkan nilai indeks kristalinitas ACNF sebesar 82.53%. Secara keseluruhan, ACNF yang dihasilkan memiliki potensi yang besar sebagai penguat nanokomposit bermatriks polimer.

Kata Kunci: Cellulose Nanofiber, Asetilasi, High-Speed Blender

Abstrak: Cellulose nanofiber (CNF) has promising potential as a reinforcement in polymer matrix nanocomposites. CNF is polar or hydrophilic due to having many hydroxyl groups. When CNF particles are combined with a non-polar polymer matrix, the CNF is difficult to distribute evenly and tends to agglomerate due to differences in polarity so that the strengthening effect of CNF is limited. To overcome this problem, it is necessary to chemically modify the CNF surface. Acetylation is one of the most widely used CNF surface modification methods to increase the compatibility between a non-polar polymer matrix and CNF. Through the acetylation process, some of the hydroxyl groups of CNF are replaced with acetyl groups which are hydrophobic. Furthermore, the CNF resulting from the acetylation process is known as acetylated CNF (acetylated cellulose nanofibers or ACNF). The acetylation process is carried out by first mixing microcrystalline cellulose (MCC) particles into 75 mL of acetic anhydride solution. Next, the mixture was stirred using a high-speed blender for 30 minutes for the MCC nanofibrillation process to occur. In this research, the influence of acetylation and nanofibrillation processes on the characteristics of ACNF was studied through studying chemical structure changes using ATR-FTIR and crystallinity index using XRD. The results of the ATR-FTIR analysis show that there are 3 new peaks in the ACNF spectrum,

namely at 1720, 1369 and 1203 cm^{-1} , which proves that there is a change in the structure of cellulose after being given acetylation treatment. The results of XRD show that surface treatment of acetylation and nanofibrillation with a high-speed blender increases the ACNF crystallinity index value by 82.53%. Overall, the resulting ACNF has great potential as a reinforcement for polymer matrix nanocomposites.

Keywords: Cellulose Nanofiber, Asetilasi, High-Speed Blender

PENDAHULUAN

Selulosa, sebuah biopolimer yang melimpah di alam, menarik perhatian peneliti dan industri karena sifatnya yang dapat diperbaharui, dapat terdegradasi, biokompatibel, tidak beracun, dan murah (Kuhnt dan Camarero-Espinosa, 2021). Selulosa hadir dalam bentuk partikel nano (1-100 nm) yang dapat diekstraksi dari dinding sel tumbuhan, membentuk nanoselulosa. Menurut (Carrillo dkk., 2014) Cellulose nanofiber (CNF) merupakan salah satu jenis nanoselulosa yang memiliki diameter sekitar 5-50 nm dan panjang 1-5 μm . Selain itu CNF memiliki keunggulan seperti densitas rendah (1,6 g/cm^3), kemurnian tinggi, rasio aspek tinggi (10-100), luas permukaan tinggi, kekuatan tarik tinggi (≥ 3 GPa), modulus elastisitas tinggi (110-220 GPa), gugus hidroksil berlimpah, toksisitas rendah, dan biokompatibilitas yang baik (Hao dkk., 2020). Menurut penelitian (Ho dkk., 2015), proses fibrilasi mekanis, seperti homogenisasi, ultrasonifikasi, ball milling, refining, dan cryocrushing telah digunakan untuk memproduksi CNF. Meskipun dapat menyebabkan kerusakan pada struktur selama proses nanofibrilasi, produksi CNF dalam skala industri juga memerlukan energi yang besar, berkisar antara 20-100 kWh/kg (Chaker dkk., 2014). Menurut (Boufi dan Chaker, 2016), beberapa riset menunjukkan bahwa menggunakan *high-speed blender* dianggap sebagai metode yang efisien dalam pembuatan CNF karena penggunaan energi yang lebih efisien.

CNF yang diekstraksi dari berbagai sumber selulosa telah menjadi fokus penelitian sebagai penguat dalam komposit polimer (Mashkour dkk., 2014). Namun berdasarkan penelitian (Eichhorn dkk., 2010), penggabungan CNF ke dalam matriks polimer non-polar menghadapi beberapa tantangan. CNF bersifat polar dan hidrofilik karena memiliki gugus hidroksil yang banyak pada permukaannya, sehingga sulit tersebar secara homogen dalam matriks polimer non-polar dan cenderung aglomerasi. Untuk mengatasi ini, menurut (Tserki dkk., 2005) berbagai metode telah diusulkan untuk memperbaiki antarmuka antara matriks dan penguat, termasuk esterifikasi, perlakuan silan, *graft copolymerisation*, perlakuan plasma, dan penggunaan bahan kimia lainnya. Esterifikasi melalui asetilasi adalah salah satu prosedur modifikasi permukaan yang melibatkan penggantian sebagian gugus hidroksil yang hidrofilik selulosa dengan gugus asetil (CH_3CO) yang bersifat hidrofobik. Berdasarkan penelitian (Nogi dkk., 2006), proses ini menghasilkan CNF yang lebih hidrofobik, meningkatkan ikatan dengan matriks polimer non-polar, dan meningkatkan kompatibilitas keduanya.

Penelitian ini berfokus pada pembuatan CNF berukuran nano dari *cellulose microcrystalline* (MCC) melalui nanofibrilasi menggunakan *high-speed blender*. *High-speed blender* digunakan dengan pertimbangan untuk lebih efisien dalam penggunaan energi dan lebih murah dalam proses nanofibrilasi. Proses nanofibrilasi diperlukan karena MCC memiliki ukuran skala mikro, sehingga luas permukaannya relatif kecil dibandingkan dengan volumenya, yang dapat mengakibatkan efek penguatan yang

kurang signifikan dalam matriks polimer. CNF hasil proses asetilasi kemudian disebut *acetylated-cellulose nanofiber* (ACNF). Karakteristik ACNF, termasuk perubahan struktur kimia dan indeks kristalinitas, akan dianalisis menggunakan ATR-FTIR (*Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) dan XRD (*X-Ray Diffraction*). Dengan demikian, penelitian ini memiliki tujuan untuk mengkaji pembuatan ACNF dari MCC dan mengetahui karakteristiknya. Hasil ACNF yang diharapkan memiliki potensi besar untuk aplikasi sebagai penguat nanokomposit dengan matriks non polar.

METODE

Material

Microcrystalline cellulose yang digunakan merupakan serbuk MCC komersial yang dibeli dari *Aldrich Chemistry*, USA dengan kode produk 310697-500G dan berasal dari *cotton linters*. Serbuk ini memiliki warna putih dengan ukuran partikel sebesar 20 μm . *Acetic anhydride* yang digunakan sebagai agen asetat dalam proses asetilasi dibeli dari *Mallinckrodt Chemical*, USA dengan kode produk 2420-44. Pyridine, yang berfungsi sebagai katalis dalam proses asetilasi, dibeli dari Emsure, Jerman, dengan kode produk 110-86-1. Methanol (>99%) dan acetone (95%) digunakan sebagai pelarut. Semua bahan kimia yang digunakan merupakan reagen analitik dan digunakan tanpa modifikasi lebih lanjut.

Proses Asetilasi

Dalam penelitian ini, proses asetilasi melibatkan berbagai bahan, yaitu MCC (10 gram), *acetic anhydride* (75 mL), *pyridine* (0,5 gram), aquades (1500 ml), metanol (250 ml), dan *acetone* (250 ml). Tahapan awal dilakukan dengan mencampur *acetic anhydride* dengan 10 gram MCC komersial ke dalam gelas ukur, lalu menambahkan 0,5 gram *pyridine* sebagai katalis. Selanjutnya adalah menempatkan gelas ukur berisi campuran MCC dan di atas *magnetic stirrer* dengan pengaduk magnet dan menutupnya dengan aluminium foil untuk menghindari penguapan cairan. Selanjutnya, termometer ditempatkan di atas aluminium foil untuk mengukur suhu. *Magnetic stirrer* dinyalakan, suhu diatur menjadi 100°C, dan proses asetilasi dilakukan selama 4 jam menggunakan *timer*.

Setelah proses 4 jam, dilakukan penyaringan menggunakan *filtering flask*, kertas saring, dan kompresor untuk mendapatkan serbuk *Acetylated Microcrystalline Cellulose* (AMCC). Tahap selanjutnya adalah pencucian untuk menghilangkan sisa-sisa *acetic anhydride*. Gelas ukur berisi campuran direndam dalam aquades (500 ml), diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit tanpa pemanasan. Pencucian dengan aquades dilakukan sebanyak 3 kali. Proses pencucian berlanjut dengan menggunakan metanol (250 ml) dan *acetone* (250 ml) masing-masing 1 kali. Akhirnya, AMCC dikeringkan menggunakan *metode freeze drying*.

Proses Nanofibrilasi

Proses nanofibrilasi diterapkan untuk mengurangi dimensi partikel AMCC menjadi ukuran nano, yang disebut sebagai CNF. Pada penelitian ini, nanofibrilasi dilakukan dengan menggunakan *high-speed blender*. Tahap awal dalam proses *high-speed blender* adalah mencampurkan 3.5 gram AMCC dengan 500 ml aquades ke dalam wadah blender.

Kemudian, wadah tersebut ditutup dengan plastik dan penutup blender untuk menghindari pemborosan cairan selama proses high-speed blender. Proses nanofibrilasi dilakukan dengan menjalankan high-speed blender selama 30 menit. Hasil dari AMCC yang telah mengalami proses *high-speed blender* dikenal sebagai *acetylated cellulose nanofiber* (ACNF). Setelah proses nanofibrilasi, langkah selanjutnya adalah karakterisasi sampel menggunakan ATR-FTIR untuk mengidentifikasi perubahan dalam gugus fungsi dan XRD untuk menentukan indeks kristalinitas ACNF.

Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared (ATR FTIR) Spectroscopy

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi dan menganalisis ikatan kimia serta gugus fungsi sampel ACNF menggunakan *attenuated total reflection Fourier transfer infrared* (PerkinElmer Spectrum two, USA) dalam rentang 4000-400 cm^{-1} dengan resolusi 4 cm^{-1} .

X Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi X-ray Diffraction (XRD) dilakukan untuk menentukan indeks kristalinitas sampel menggunakan *Empyrean X-ray diffractometer* (Malvern PANalytical tipe HR-XRD Empyrean DY 3831, Belanda). Alat ini beroperasi dengan radiasi sinar-X $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA, menggunakan step size 0.02° , scan speed $0,1^\circ/\text{menit}$, dan rentang 2θ sebesar $10-40^\circ$. Selanjutnya, indeks kristalinitas dihitung menggunakan metode Segal (Segal dkk., 1959) sesuai dengan Persamaan 1.

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

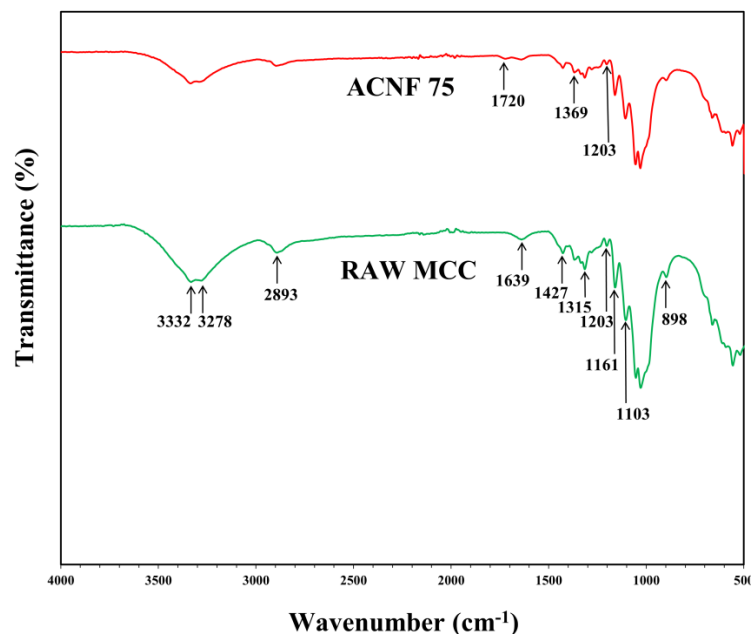
Di mana I_{200} adalah intensitas pada $2\theta = 22-23^\circ$ yang mewakili wilayah kristalin, dan I_{am} adalah intensitas pada $2\theta = 18-19^\circ$ yang menunjukkan wilayah amorf.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis spektroskopi ATR-FTIR

Gambar 1. memperlihatkan spektrum ATR-FTIR dari *raw* MCC dan ACNF yang hasil asetilasi dengan menggunakan 75 mL *acetic anhydride* (ACNF 75). Pada Gambar 1, beberapa puncak terlihat pada spektrum *raw* MCC, yakni pada puncak 3332, 3278, 2893, 1639, 1427, 1315, 1203, 1161, 1103, dan 898 cm^{-1} . Puncak pada 3332 cm^{-1} dan 3278 cm^{-1} mengindikasikan getaran gugus hidroksil (-OH) yang mengalami peregangan dan getaran gugus hidroksil yang mengalami *bending* (Haleem dkk., 2014). Selanjutnya, puncak pada 2893 cm^{-1} menunjukkan peregangan dari gugus C-H alkana dalam selulosa (Haleem dkk., 2014). Pada 1639 cm^{-1} kemungkinan berkaitan dengan *bending mode* dari air yang terserap, karena polimer hemiselulosa biasanya memiliki afinitas yang kuat terhadap air (Gou dkk., 2018). Selain itu, puncak pada 1427 cm^{-1} menunjukkan getaran atom CH_2 yang mengalami *bending* (Sun dkk., 2004). Puncak pada 1315 cm^{-1} berkaitan dengan getaran skeletal dari gugus C-C dan C-O (Pastorova dkk., 1994). Adanya puncak pada 1203 cm^{-1} mengindikasikan getaran *in-plane* gugus OH yang mengalami *bending* sementara puncak

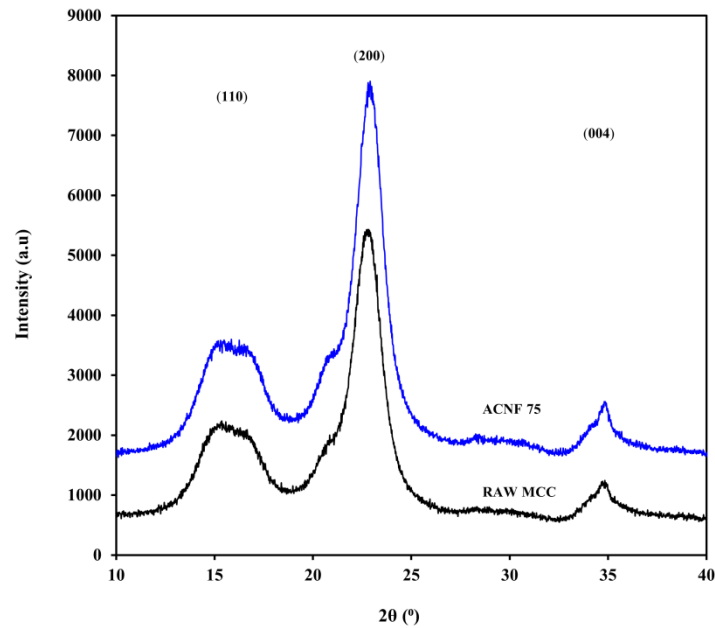
1161 cm^{-1} menandakan regangan antisimetris dari gugus C-O (Sun dkk., 2004). Puncak pada 898 cm^{-1} menunjukkan keberadaan ikatan β -glikosidik antara unit glukosa dalam selulosa (El-Sakhawy dkk., 2018). Pada spektrum ACNF 75, yang merupakan CNF yang telah mengalami asetilasi dengan menggunakan 75 mL *acetic anhydride*, terdapat tiga puncak baru yang terlihat pada 1720, 1369, dan 1203 cm^{-1} . Puncak pada 1720 cm^{-1} menunjukkan getaran gugus karbonil (C=O) yang mengalami peregangan (Xie dkk., 2007) yang itu berasal dari hasil asetilasi, sementara puncak pada 1369 cm^{-1} dan 1203 cm^{-1} masing-masing mengindikasikan peregangan dari gugus metil (CH_3) dan asetil (C-O) (Sukmawan dkk., 2023). Kehadiran ketiga puncak ini menggambarkan adanya perubahan pada struktur selulosa akibat perlakuan permukaan asetilasi. Selain itu dengan ketiadaan puncak pada 1700 cm^{-1} dan rentang 1760-1850 cm^{-1} , dapat disimpulkan bahwa ACNF tidak lagi mengandung *acetic anhydride* maupun produk samping dari *acetic anhydride*. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa proses asetilasi telah berhasil. Temuan serupa juga ditemukan dalam penelitian yang dilakukan oleh (Sukmawan dkk., 2023)



Gambar 1. Spektrum ATR-FTIR *raw* MCC dan ACNF 75

Analisis XRD

Gambar 2. menampilkan pola XRD dari *raw* MCC dan ACNF yang mengalami asetilasi dengan menggunakan 75 mL asetat anhidrid. Pengamatan XRD menunjukkan beberapa puncak yang terlihat pada sudut 2θ sekitar 16° , $22-23^\circ$, dan $34-35^\circ$, yang sesuai dengan bidang kristal (110), (200), dan (004) (French, 2014). Ketiga bidang ini menunjukkan bahwa sampel mempertahankan struktur kristal selulosa tipe I, bahkan setelah proses asetilasi. Kesimpulan serupa ditemukan dalam penelitian yang dilakukan oleh (Zimmermann dkk., 2017), di mana sampel tetap mempertahankan struktur kristal selulosa tipe I meskipun telah mengalami asetilasi.



Gambar 2. Pola XRD *raw* MCC dan ACNF 75

Indeks kristalinitas ACNF kemudian dihitung menggunakan persamaan Segal dan hasilnya tercatat dalam Tabel 1. Indeks kristalinitas *raw* MCC dan ACNF dengan penggunaan 75 mL *acetic anhydride* masing-masing adalah 81,19% dan 82,53%. Temuan ini menunjukkan bahwa ACNF 75 memiliki indeks kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan *raw* MCC. Peningkatan indeks kristalinitas disebabkan oleh pengurangan komponen amorf dalam selulosa, seperti hemiselulosa dan lignin selama proses asetilasi yang selanjutnya meningkatkan komponen kristalin dari selulosa. Hasil analisis XRD juga konsisten dengan hasil analisis ATR-FTIR seperti Gambar 1. Temuan ini sejalan dengan laporan yang diberikan oleh Sofla dkk. (2019). Selain itu, peningkatan nilai indeks kristalinitas setelah asetilasi mengindikasikan bahwa asetilasi berperan dalam mengurangi kekuatan ikatan hidrogen antar molekul selulosa dan bertindak sebagai agen pembersih untuk menghilangkan komponen amorf (Rosa dkk., 2022).

Tabel 1. Indeks kristalinitas dari *raw* MCC dan ACNF 75

Sampel	CrI (%)
<i>Raw</i> MCC	81,193%
ACNF 5	82,531%

SIMPULAN

ACNF berhasil diproduksi dalam penelitian ini dengan proses asetilasi yang menggunakan 75 mL *acetic anhydride* dan nanofibrilasi menggunakan *high-speed blender* selama 30 menit. Data ATR-FTIR mengkonfirmasi keberhasilan proses asetilasi pada MCC yang ditunjukkan dengan adanya 3 puncak baru yaitu pada 1720, 1369, dan 1203 cm^{-1} . Sementara itu, hasil XRD menunjukkan bahwa perlakuan asetilasi dan nanofibrilasi menggunakan *high-speed blender* meningkatkan indeks kristalinitas (CrI) dari ACNF yaitu sebesar 82,53%. Hasil ACNF yang dihasilkan memiliki potensi besar sebagai agen penguat dalam nanokomposit bermatriks polimer non polar.

DAFTAR PUSTAKA

- Boufi, S., dan Chaker, A. (2016). Easy production of cellulose nanofibrils from corn stalk by a conventional high speed blender. *Industrial Crops and Products*, 93, 39–47. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.05.030>
- Carrillo, C. A., Laine, J., dan Rojas, O. J. (2014). Microemulsion Systems for Fiber Deconstruction into Cellulose Nanofibrils. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(24), 22622–22627. <https://doi.org/10.1021/am5067332>
- Chaker, A., Mutjé, P., Vilar, M. R., dan Boufi, S. (2014). Agriculture crop residues as a source for the production of nanofibrillated cellulose with low energy demand. *Cellulose*, 21(6), 4247–4259. <https://doi.org/10.1007/s10570-014-0454-5>
- Eichhorn, S. J., Dufresne, A., Aranguren, M., Marcovich, N. E., Capadona, J. R., Rowan, S. J., Weder, C., Thielemans, W., Roman, M., Renneckar, S., Gindl, W., Veigel, S., Keckes, J., Yano, H., Abe, K., Nogi, M., Nakagaito, A. N., Mangalam, A., Simonsen, J., ... Peijs, T. (2010). Review: current international research into cellulose nanofibres and nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 45(1), 1–33. <https://doi.org/10.1007/s10853-009-3874-0>
- El-Sakhawy, M., Kamel, S., Salama, A., dan Tohamy, H.-A. S. (2018). PREPARATION AND INFRARED STUDY OF CELLULOSE BASED AMPHIPHILIC MATERIALS. Dalam *CELLULOSE CHEMISTRY AND TECHNOLOGY Cellulose Chem. Technol* (Vol. 52, Nomor 4).
- French, A. D. (2014). Idealized powder diffraction patterns for cellulose polymorphs. *Cellulose*, 21(2), 885–896. <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0030-4>
- Gou, G., Wang, Q., Xie, W., Cao, J., Jiang, M., He, J., dan Zhou, Z. (2018). Assessment of Instant Catapult Steam Explosion Treatment on Rice Straw for Isolation of High Quality Cellulose. *BioResources*, 13(2). <https://doi.org/10.15376/biores.13.2.2328-2341>
- Haleem, N., Arshad, M., Shahid, M., dan Tahir, M. A. (2014). Synthesis of carboxymethyl cellulose from waste of cotton ginning industry. *Carbohydrate Polymers*, 113, 249–255. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.07.023>
- Hao, W., Wang, M., Zhou, F., Luo, H., Xie, X., Luo, F., dan Cha, R. (2020). A review on nanocellulose as a lightweight filler of polyolefin composites. *Carbohydrate Polymers*, 243, 116466. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116466>
- Ho, T. T. T., Abe, K., Zimmermann, T., dan Yano, H. (2015). Nanofibrillation of pulp fibers by twin-screw extrusion. *Cellulose*, 22(1), 421–433. <https://doi.org/10.1007/s10570-014-0518-6>
- Kuhnt, T., dan Camarero-Espinosa, S. (2021). Additive manufacturing of nanocellulose

- based scaffolds for tissue engineering: Beyond a reinforcement filler. *Carbohydrate Polymers*, 252, 117159. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117159>
- Mashkour, M., Kimura, T., Kimura, F., Mashkour, M., dan Tajvidi, M. (2014). Tunable Self-Assembly of Cellulose Nanowhiskers and Polyvinyl Alcohol Chains Induced by Surface Tension Torque. *Biomacromolecules*, 15(1), 60–65. <https://doi.org/10.1021/bm401287s>
- Nogi, M., Abe, K., Handa, K., Nakatsubo, F., Ifuku, S., dan Yano, H. (2006). Property enhancement of optically transparent bionanofiber composites by acetylation. *Applied Physics Letters*, 89(23). <https://doi.org/10.1063/1.2403901>
- Pastorova, I., Botto, R. E., Arisz, P. W., dan Boon, J. J. (1994). Cellulose char structure: a combined analytical Py-GC-MS, FTIR, and NMR study. *Carbohydrate Research*, 262(1), 27–47. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(94\)84003-2](https://doi.org/10.1016/0008-6215(94)84003-2)
- Rahimi Kord Sofla, M., Batchelor, W., Kosinkova, J., Pepper, R., Brown, R., dan Rainey, T. (2019). Cellulose nanofibres from bagasse using a high speed blender and acetylation as a pretreatment. *Cellulose*, 26(8), 4799–4814. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02441-w>
- Segal, L., Creely, J. J., Martin, A. E., dan Conrad, C. M. (1959). An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal*, 29(10), 786–794. <https://doi.org/10.1177/004051755902901003>
- Souza Da Rosa, T., Trianoski, R., Michaud, F., Belloncle, C., dan Iwakiri, S. (2022). Efficiency of Different Acetylation Methods Applied to Cellulose Fibers Waste from Pulp and Paper Mill Sludge. *Journal of Natural Fibers*, 19(1), 185–198. <https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1731909>
- Sukmawan, R., Kusmono, dan Wildan, M. W. (2023). Easy production of acetylated cellulose nanofibers from sisal fibers by conventional high-speed blender. *Biomass Conversion and Biorefinery*. <https://doi.org/10.1007/s13399-023-04428-x>
- Sun, J. X., Sun, X. F., Zhao, H., dan Sun, R. C. (2004). Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse. *Polymer Degradation and Stability*, 84(2), 331–339. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2004.02.008>
- Tserki, V., Zafeiropoulos, N. E., Simon, F., dan Panayiotou, C. (2005). A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36(8), 1110–1118. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.01.004>
- Xie, H., King, A., Kilpelainen, I., Granstrom, M., dan Argyropoulos, D. S. (2007). Thorough Chemical Modification of Wood-Based Lignocellulosic Materials in Ionic Liquids.

Biomacromolecules, 8(12), 3740–3748. <https://doi.org/10.1021/bm700679s>

Zimmermann, M. V. G., da Silva, M. P., Zattera, A. J., dan Campomanes Santana, R. M. (2017). Effect of nanocellulose fibers and acetylated nanocellulose fibers on properties of poly(ethylene - co - vinyl acetate) foams. *Journal of Applied Polymer Science*, 134(17). <https://doi.org/10.1002/app.44760>