

## PEMBUATAN PARTIKEL SELULOSA MENGGUNAKAN LARUTAN ALKALIN

Edy Hermawan

Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Mercu Buana Jakarta

Email: edyhermawan1976@gmail.com

**Abstrak** -- Selulosa adalah biopolimer terbanyak jumlahnya di alam dan memiliki arti yang sangat penting untuk industri serat dan kertas. Partikel selulosa dicirikan memiliki tingkat kekristalan yang tinggi dan mempunyai ukuran dari beberapa ratus nanometer (nm) sampai 100 mikrometer ( $\mu\text{m}$ ). Partikel selulosa ini banyak digunakan dalam bentuk murninya sebagai filler pada industri makanan untuk menambah konsistensi dan tekstur makanan. Tujuan utama penelitian ini dapat dibagi menjadi dua. Pertama adalah untuk mempelajari pembuatan larutan selulosa dengan menggunakan larutan selulosa-sodium hidroksida. Kedua, mempelajari proses pembuatan partikel nano dengan metode sol-gel dengan menggunakan larutan selulosa-sodium hidroksida yang dipersiapkan sebelumnya. Bahan kimia yang dipakai untuk pembuatan larutan garam adalah Sodium hidroksida (NaOH), sodium klorida (NaCl), sodium sulfat ( $\text{NaSO}_4$ ), seng klorida (ZnCl), seng sulfat ( $\text{ZnSO}_4$ ), amonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), amonium sulfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ). Pertama menentukan tingkat kelarutan pulp, pembuatan larutan basa-selulosa, proses ultrasonication dan dialysis, analisis SEM dan Flow Cytometry. Hasil eksperimen didapatkan enzyme-treated pulp menghasilkan tingkat kelarutan yang lebih tinggi dibandingkan dengan untreated pulp, ukuran partikel selulosa terkecil dihasilkan dari proses koagulasi di larutan NaCl yaitu sekitar 300 nm, dan perlakuan ultrasonication cukup efektif untuk menghasilkan ukuran dan jumlah partikel berukuran nanometer. Metode ini bisa menjadi metode alternatif yang ramah lingkungan untuk menghasilkan produk selulosa. Proses koagulasi yang diikuti dengan perlakuan ultrasonication menghasilkan ukuran rata-rata partikel 200 nm dan jumlah rata-rata partikel sekitar 25,000.

**Kata kunci:** selulosa biopolimer, membrane dialylis, koagulasi, ultrasonication

### 1. LATAR BELAKANG

Selulosa adalah salah satu biopolimer yang terbanyak jumlahnya di alam. Selulosa memiliki arti yang sangat penting untuk industri serat dan kertas [1, 2, 13]. Selulosa dan beberapa turunannya juga banyak dipakai di berbagai cabang industri lain seperti makanan, cat dan biopolimer. Salah satu turunan dari produk selulosa yang semakin banyak digunakan adalah partikel selulosa. Partikel selulosa dicirikan memiliki tingkat kekristalan yang tinggi dan mempunyai ukuran dari beberapa ratus nanometer (nm) sampai 100 mikrometer ( $\mu\text{m}$ ) [8]. Partikel selulosa ini banyak digunakan dalam bentuk murninya sebagai filler pada industri makanan untuk menambah konsistensi dan tekstur makanan [4]. Industri palstik menggunakan partikel selulosa sebagai coating pada pembuatan komposit *thermoplastic* [3].

Pada penelitian ini, partikel selulosa diperoleh dengan melarutkan serat selulosa di larutan sodium hidroksida dan diikuti dengan proses sol-gel untuk mendapatkan partikel nano. Proses pelarutan serat selulosa dengan sodium hidroksida adalah salah satu metode mutakhir yang dikembangkan akhir-akhir ini sebagai upaya untuk menemukan proses alternatif untuk menggantikan proses-proses sebelumnya yang menggunakan zat beracun karbon disulfida yang berbahaya untuk alam [5, 6, 15].

Tujuan utama penelitian ini dapat dibagi menjadi dua. Pertama adalah untuk mempelajari pembuatan larutan selulosa dengan

menggunakan larutan selulosa-sodium hidroksida. Pada tahap ini persentase terlarutnya selulosa pada larutan sodium hidroksida dipelajari. Kedua, mempelajari proses pembuatan partikel nano dengan metode sol-gel dengan menggunakan larutan selulosa-sodium hidroksida yang dipersiapkan sebelumnya. Pada tahap ini diteliti keefektifan proses koagulasi (sol-gel) larutan selulosa-sodium hidroksida pada larutan garam dan larutan asam untuk membentuk partikel selulosa.

### 2. BAHAN AND METODE PENELITIAN

#### 2.1 Bahan

*Untreated dissolving pulp* diperoleh dalam bentuk lembaran dari Domsjö Fabriker Ab dan pulp yang sudah mendapat perlakuan enzim diperoleh dari Departemen Ilmu Material Serat, Universitas Teknologi Tampere.

Bahan kimia yang dipakai untuk pembuatan larutan garam adalah Sodium hidroksida (NaOH), sodium klorida (NaCl), sodium sulfat ( $\text{NaSO}_4$ ), seng klorida (ZnCl), seng sulfat ( $\text{ZnSO}_4$ ), amonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), amonium sulfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ).

#### 2.2 Metode

a) Menentukan tingkat kelarutan pulp (yang sudah mendapat perlakuan enzim ataupun yang belum)

Larutan 20 ml NaOH 8.5 wt% disiapkan. 0.70 g selulosa kering dibasahkan dengan air dan kemudian diredam di dalam larutan NaOH. Kemudian campuran tersebut diaduk pada suhu -5 °C selama 10 menit pada 2000 rpm. Campuran yang dihasilkan disentrifugasi selama 10 menit. Setelah sentrifugasi endapan yang ada dipisahkan dengan *supernatant*. Endapan yang ada direaksikan dengan 10% asam sulfat, kemudian dicuci dengan air distilasi dan dikeringkan pada 120 °C. Kelarutan selulosa dihitung dengan persamaan berikut [33]:

$$S = 100 \times [(0.70 - W_i) / 0.70]$$

Dimana  $W_i$  adalah berat selulosa yang tidak terlarut.

#### b) Pembuatan larutan basa-selulosa untuk proses presipitasi (koagulasi)

Selulosa 2 g diendapkan di 53.8 ml air. Campuran selulosa dan air tersebut kemudian didinginkan pada 2 °C. 5 g NaOH kemudian ditambahkan dan diaduk merata. Campuran tersebut kemudian didinginkan kembali pada suhu -20 °C sampai membeku. Setelah itu campuran beku tersebut dicairkan kembali pada suhu ruang sampai terlihat seperti gel. Langkah terakhir adalah menambahkan 41.2 ml air [32].

#### c) Koagulasi dengan larutan garam

Enam jenis garam digunakan sebagai larutan presipitasi yaitu NaCl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ZnCl, ZnSO<sub>4</sub>, NH<sub>4</sub>Cl, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>. Setiap larutan garam disiapkan dengan menambah 10 g garam pada 90 ml air. Larutan garam kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik sampai garam terlarut sempurna. Koagulasi atau presipitasi dilakukan dengan menambah tetesan larutan selulosa-sodium hidroksida pada larutan garam sedikit demi sedikit, sehingga dihasilkan suspensi putih.

#### d) Ultrasonication

Sampel hasil koagulasi kemudian mendapatkan perlakuan gelombang ultrasonik. Perlakuan gelombang ultrasonik akan menghasilkan gelombang ultrasonik yang merambat melalui medium dan sampel. Energi gelombang yang dihasilkan tersebut akan memecahkan struktur sampel menjadi bagian-bagian yang lebih kecil [23]. Perlakuan ultrasonik ini dilakukan dengan menggunakan *ultrasonic disrupter* (UD-21; Tomi Seiko, Tokyo, Japan) pada 20 kHz. Perlakuan dilaksanakan selama 30 menit dengan interval 5 menit sebanyak 6 kali dengan 30 detik istirahat diantara interval.

#### e) Dialysis

Beberapa sampel koagulasi dicuci menggunakan membran dialysis. Membran dialysis yang digunakan adalah jenis D-9527 Sigma. Sampel

koagulasi selulosa ditaruh di dalam kantong dialysis dan kantong tersebut diletakkan di dalam bak air dengan pengaduk magnetik. Air bak diganti setiap 15 menit sebanyak 8 kali [4].

#### f) Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM digunakan untuk melihat struktur dan ukuran asli dari partikel selulosa yang terbentuk. Untuk karakterisasi dengan SEM tersebut suspensi partikel selulosa harus dikeringkan terlebih dahulu dan kemudian dilapisi dengan serbuk emas agar bersifat konduktif. Peralatan SEM yang digunakan adalah JEOL SEM T-100 dengan tegangan listrik 15 kV.

#### g) Analisis Flow Cytometry

Analisis *flow cytometry* dilakukan untuk menentukan jumlah partikel yang melayang di dalam suspensi selulosa. Untuk keperluan tersebut suspensi selulosa diencerkan 10 kali. Pengujian ini menggunakan Becton Dickinson FACScalibur Flow Cytometers di Laboratorium Kimia Kayu dan Kertas, Abo Akademi University.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### a) Tingkat kelarutan enzyme-treated pulp dan untreated pulp

Tingkat kelarutan diperlihatkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Tingkat kelarutan pulp

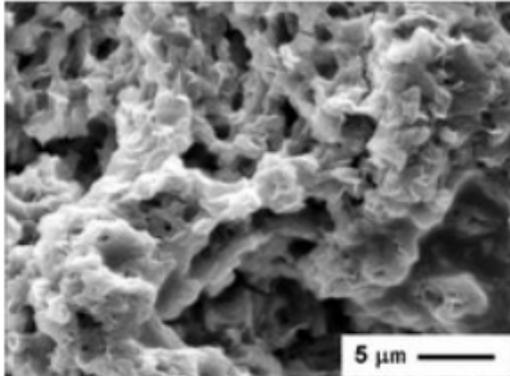
Weight of cellulose (g)	Percentage of solubility (%) (Enzyme-treated pulp)	Percentage of solubility (%) (Untreated pulp)
1	83	75
3	78	72

Tabel 3.1 menunjukkan bahwa tingkat kelarutan pulp yang telah mendapatkan perlakuan enzim lebih tinggi dibandingkan pulp yang tidak mendapatkan perlakuan apapun. Secara umum, untuk masing-masing pulp, penambahan konsentrasi selulosa akan diikuti dengan penurunan tingkat kelarutan [9]. Salah satu yang menyebabkan sulitnya selulosa untuk dilarutkan adalah adanya ikatan hidrogen yang membentuk makromolekul secara keseluruhan [10, 25]. Untuk memutuskan rantai hidrogen ini hal pertama yang perlu dilakukan adalah menyisipkan molekul air diantara molekul-molekul selulosa. Proses ini disebut swelling. Proses swelling dibantu dengan adanya molekul sodium hidroksida. Metode pembekuan yang dilakukan pada percobaan ini terbukti cukup efektif untuk memutuskan ikatan hidrogen yang ada. Ketika air membeku volume air bertambah dan hal ini menyebabkan semakin terdorongnya ikatan antara molekul selulosa.

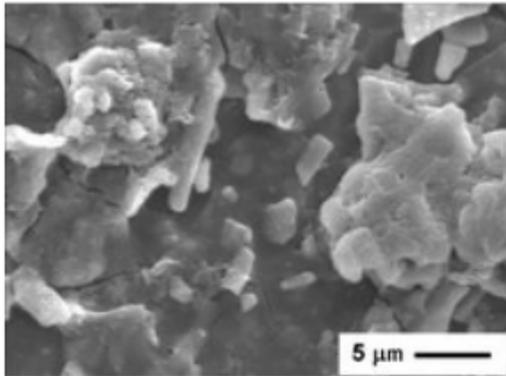
Pada akhirnya ikatan tersebut akan terputus [10, 11, 12, 14].

**b) Morfologi partikel selulosa**

Morfologi dan ukuran partikel selulosa dipelajari dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Sampel yang dipelajari diambil dari proses presipitasi pada larutan garam. Dikarenakan sampel pada pengujian SEM tersebut dalam keadaan kering, maka gambar yang dihasilkan besar kemungkinan berbeda dengan gambar sampel dalam keadaan di dalam campuran (suspensi).

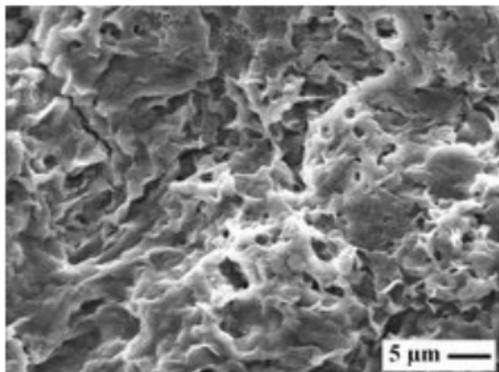


(a)



(b)

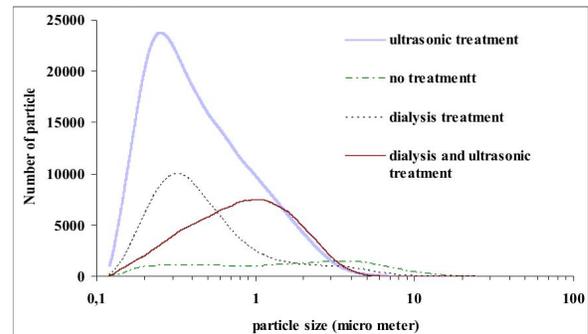
Gambar 3.1 Morfologi partikel selulosa hasil koagulasi di (a) larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan (b) larutan  $\text{ZnSO}_4$  (Pembesaran 3500 X)



Gambar 3.2 Morfologi partikel selulosa hasil koagulasi di larutan asam (Pembesaran 2000 X)

Gambar 3.1a dan 3.2b menunjukkan morfologi partikel selulosa hasil koagulasi di larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{ZnSO}_4$ . Partikel selulosa pada Gambar 3.1 memiliki porositas yang tinggi dan bentuk yang tidak beraturan. Partikel tersebut berukuran kira-kira kurang dari 5 µm. Kemungkinan besar pada saat proses pengeringan sampel, partikel selulosa bergabung dengan kristal garam. Gambar 3.2 memperlihatkan partikel selulosa hasil koagulasi di larutan asam. Ketiga gambar tersebut tidak bisa dijadikan data mengenai morfologi dan ukuran partikel selulosa dikarenakan data tersebut diambil dari sampel yang telah dikeringkan, yang keadaannya berbeda pada saat sampel masih berupa suspensi.

**c) Pengaruh perlakuan ultrasonication dan dialysis pada ukuran dan jumlah partikel selulosa**



Gambar 3.3 Jumlah partikel vs ukuran partikel selulosa

Gambar 3.3 menunjukkan bahwa sampel yang mendapat perlakuan ultrasonication atau dialysis memiliki ukuran rata-rata partikel terkecil yaitu sekitar 200 nm sampai 300 nm. Sampel yang mengalami perlakuan ultrasonication dan dialysis memiliki ukuran partikel lebih besar yaitu sekitar 1 µm. Ukuran terbesar dimiliki oleh partikel dari sampel yang tidak mendapatkan perlakuan apapun, yaitu sekitar 3 µm.

Gambar 3.3 juga menunjukkan bahwa perlakuan yang berbeda menghasilkan jumlah partikel yang berbeda pula. Jumlah rata-rata partikel terbanyak dihasilkan dari sampel yang mendapat perlakuan ultrasonication, yaitu 25000 partikel. Sampel yang mendapat perlakuan dialysis mempunyai jumlah partikel sekitar 10.000. Sampel yang tidak mendapat perlakuan apapun memiliki jumlah partikel terkecil yaitu kurang dari 5000.

Dari hasil ini terlihat bahwa perlakuan *ultrasonication* dan *dialysis* memiliki dampak dalam pembentukan ukuran partikel yang lebih kecil pada sampel. Hasil ini menunjukkan bahwa kedua perlakuan ini menghasilkan sejumlah besar partikel berukuran kecil [27, 28].

Tujuan utama dari dialysis adalah untuk membuang ion yang berlebih dan partikel yang tidak terlarut di larutan. Campuran dispersi ditaruh

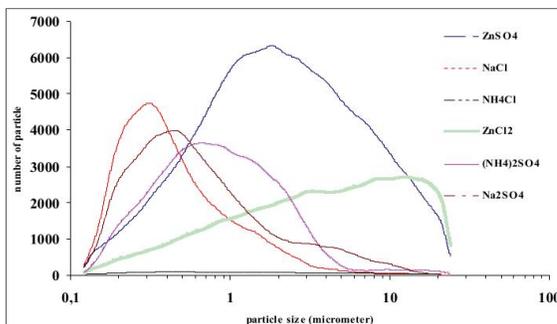
di dalam kantong yang memiliki lubang yang cukup kecil dimana partikel yang tidak terlarut bisa lolos keluar. Pemisahan ini disebut pemisahan selektif [20]. Jumlah partikel selulosa dari sampel perlakuan dialysis berjumlah sekitar 10.000.

Pada perlakuan ultrasonication, getaran ultrasonik memecahkan gumpalan partikel menjadi bagian-bagian yang lebih kecil [21, 22]. Sampel yang hanya mengalami perlakuan ultrasonication memiliki ukuran partikel rata-rata sekitar 100 nm. Jumlah partikel selulosa dari sampel yang mengalami hanya ultrasonication adalah 23.000. Dapat disimpulkan bahwa perlakuan ultrasonication cukup efektif untuk menghasilkan jumlah yang besar partikel berukuran nano.

Sampel yang mengalami perlakuan dialysis dan ultrasonication juga menunjukkan menurunnya jumlah partikel jika dibandingkan dengan sampel dialysis atau ultrasonication, yaitu sekitar 7.000 partikel. Ukuran partikel rata-rata dari sampel yang mengalami dialysis dan ultrasonication adalah 1  $\mu\text{m}$ . Ukuran ini lebih besar dibandingkan dengan sampel yang mengalami ultrasonication atau dialysis. Partikel yang lebih besar yang dihasilkan oleh proses dialysis tidak efektif untuk dipecahkan oleh proses ultrasonication. Proses ripening juga mungkin bisa terjadi dimana tumbukan antar partikel menghasilkan penyatuan partikel menjadi partikel yang lebih besar [23, 24].

#### d) Proses Koagulasi Pada Larutan Garam

Pada bagian ini larutan selulosa dikoagulasikan di larutan garam. Terdapat 6 jenis larutan garam yang dapat dibagi menjadi 2 jenis anion yaitu:  $\text{Cl}^-$  dan  $\text{SO}_4^{2-}$ . Setiap anion ini digabung dengan 3 jenis kation:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{NH}_4^+$ . Larutan selulosa-NaOH dikoagulasikan pada suhu ruang. Pengaduk magnet digunakan untuk mengaduk campuran dan untuk memecahkan koagulasi yang dihasilkan menjadi bagian-bagian yang lebih kecil.



Gambar 3.4 Jumlah dan ukuran partikel pada larutan garam

Gambar 3.4 menunjukkan larutan NaCl paling efektif untuk menghasilkan ukuran partikel yang berukuran nano. Ukuran rata-rata partikel adalah

300 nm dan kurva menunjukkan ada distribusi jumlah partikel yang merata. Yang terbaik kedua adalah  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang menghasilkan ukuran rata-rata partikel sekitar 400 nm. Untuk larutan garam yang lain, ukuran partikel masih dibawah 1  $\mu\text{m}$ .

Tabel 3.2 Ukuran rata-rata partikel hasil koagulasi di larutan garam

NaCl	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	$\text{ZnSO}_4$	$\text{ZnCl}_2$
300 nm	400 nm	700 nm	2 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$

Sampel yang menunjukkan hasil yang baik adalah NaCl,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Ini adalah sampel yang menghasilkan ukuran rata-rata partikel di bawah 1  $\mu\text{m}$  dan jumlah partikel antara 3000 dan 5000.

Dari hasil ini bisa diasumsi bahwa morfologi partikel selulosa bervariasi tergantung dari tingkat koagulasi, kecepatan adukan dan konsentrasi garam [21]. Partikel-partikel yang berukuran lebih kecil dapat dihasilkan dari kombinasi tingkat koagulasi yang rendah dan kecepatan adukan yang tinggi [21, 34].

Dari bentuk fisik koagulasi yang terjadi maka dapat diasumsi bahwa konsentrasi garam yang dipakai cukup tinggi. Oleh karena itu pada kasus  $\text{ZnSO}_4$  dan  $\text{ZnCl}_2$  koagulasi yang cukup besar dan kasar dihasilkan. Pada kasus tersebut kecepatan adukan tidak menghasilkan ukuran-ukuran partikel yang lebih kecil karena tidak cukup kuat untuk memecahkan koagulasi yang terjadi. Hal lain yang terjadi adalah proses koagulasi yang terjadi sangat cepat dikarenakan konsentrasi larutan garam yang tinggi [18, 19]. Terlihat larutan selulosa yang dimasukkan langsung mengeras ketika menyentuh larutan garam. Ketika larutan selulosa ditambahkan pada larutan tanpa diaduk maka koagulan yang terjadi sama dengan bentuk pada waktu larutan dimasukkan berbentuk tetesan, benang panjang atau film [27, 28].

Dari penelitian sebelumnya dapat disimpulkan bahwa bilangan kation juga berpengaruh pada proses koagulasi. Larutan garam yang bervalensi tinggi memiliki daya koagulasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan yang bervalensi rendah. [29]. Hal ini dapat terlihat pada koagulasi larutan selulosa pada larutan garam  $\text{ZnCl}_2$  dan  $\text{ZnSO}_4$ , yang menghasilkan ukuran partikel yang cukup besar. Sedangkan koagulasi pada larutan garam bervalensi rendah menghasilkan ukuran rata-rata partikel selulosa antara 100 sampai 700 nm.

## 4. KESIMPULAN

- 1) *Enzyme-treated pulp* menghasilkan tingkat kelarutan yang lebih tinggi dibandingkan dengan *untreated pulp*. Walaupun demikian, tingkat kelarutan *untreated pulp* masih cukup baik ketika dilarutkan di 8,5% NaOH yang

diikuti dengan pembekuan larutan pada suhu -20 °C. Metode ini bisa menjadi metode alternatif yang ramah lingkungan untuk menghasilkan produk selulosa.

- 2) Partikel selulosa dapat dibuat dengan menggunakan larutan garam sebagai media untuk koagulasi. Ukuran partikel selulosa terkecil dihasilkan dari proses koagulasi di larutan NaCl yaitu sekitar 300 nm.
- 3) Perlakuan *ultrasonication* cukup efektif untuk menghasilkan ukuran dan jumlah partikel berukuran nanometer. Proses koagulasi yang diikuti dengan perlakuan *ultrasonication* menghasilkan ukuran rata-rata partikel 200 nm dan jumlah rata-rata partikel sekitar 25,000.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1]. P. H. Hermans, "Physics and chemistry of cellulose fibers," Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 1949, pp. 500-515.
- [2]. Y. N. Kuo and J. Hong, "Investigation of solubility of microcrystalline cellulose in aqueous NaOH," *Polym. Adv. Technol.*, vol. 16, pp. 425-427, 2005.
- [3]. N. Artzi, "Why nanocomposites are in? A glimpse into polymer based nanocomposites," *Reviews in Chemical Engineering*, vol. 21, pp. 307-345, 2005.
- [4]. X. M. Dong, J. Revol and D. G. Gray, "Effect of microcrystallite preparation conditions on the formation of colloid crystals of cellulose," *Cellulose*, vol. 5, pp. 19-32, 03/01. 1998.
- [5]. A. Isogai and R.H. Atalla, "Dissolution of cellulose in aqueous NaOH solutions," *Cellulose*, vol. 5, pp. 309-319, 1998.
- [6]. Y. Kuo and J. Hong, "Investigation of solubility of microcrystalline cellulose in aqueous NaOH," *Polym. Adv. Technol.*, vol. 16, pp. 425-428, 2005.
- [7]. J. G. Cook, "Handbook of textile fibers. I. Natural fibers," in 5th ed. Anonymous 993, pp. 10-30.
- [8]. E. Heuser, *The Chemistry of Cellulose*. 3rd ed. New York: Wiley, 1947, pp. 1-40.
- [9]. S. A. Rydholm, *Pulping Process*. John Wiley & Sons, 1965, pp. 100-118.
- [10]. J. W. Ellis and J. Bath, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 62, pp. 2859, 1940.
- [11]. H. Hatakeyama, T. Hatakeyama and K. Nakamura, "Relationship Between Hydrogen Bonding and Water in Cellulose," *Journal of Applied Polymer Science*, pp. 979- 992, 1982.
- [12]. O. Ant-Wuorinen, "The effect on cellulose of swelling solutions of alkaline or neutral character," *Tiedotus / Valtion Teknillinen Tutkimuslaitos* 60, pp. 30, 1964.
- [13]. D. Klemm, B. Philipp, T. Heinze and W. Wagenknecht, "Comprehensive cellulose chemistry," in, vol. 1, Anonymous New York: Wiley-VCH, 1998, pp. 10-60.
- [14]. J. Crawshaw, W. Bras, G. R. Mant and R. E. Cameron, "Simultaneous SAXS and WAXS investigations of changes in native cellulose fiber microstructure on swelling in aqueous sodium hydroxide," *J Appl Polym Sci*, vol. 83, pp. 1209-1218, 2002.
- [15]. T. Heinze and A. Koschella, "Solvents applied in the field of cellulose chemistry – a mini review," *Polimeros: Ciencia e Tecnologia*, vol. 15, pp. 84-89, 2005.
- [16]. C. Woodings, *Regenerated Cellulose Fibres*. Cambridge: Woodhead, 2001.
- [17]. Y. Wang, Y. Zhao and Y. Deng, "Effect of enzymatic treatment on cotton fiber dissolution in NaOH/urea solution at cold temperature," *Carbohydrate Polymers*, Volume 70, Issue 1,, Pages 8-14, 2007.
- [18]. M. Inamoto, I. Miyamoto, T. Hongo, M. Iwata and K. Okajima, "Morphological formation of the regenerated cellulose membranes recovered from its cuprammonium solution using various coagulants," *Polymer Journal*, vol. 28, pp. 507-512, 2003.
- [19]. L. Zhang, Y. Mao, J. Zhou and J. Cai, "Effects of Coagulation Conditions on the Properties of Regenerated Cellulose Films Prepared in NaOH/Urea Aqueous Solution," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 44, pp. 522-529, 2005.
- [20]. D. Ruan, L. Zhang, Y. Mao, M. Zeng and X. Li, "Microporous membranes prepared from cellulose in NaOH/thiourea aqueous solution," *Journal of Membrane Science*, vol. 241, pp. 265-274, 10/1. 2004.
- [21]. R. Evans and P. Luner, "Coagulation of microcrystalline cellulose dispersions," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 128, pp. 464-476, 3/15. 1989.
- [22]. Zeta meter Inc. <http://www.mtec.or.th/th/labs/powder/book/coagulation.pdf>, "Coagulation and Flocculation," pp. Retrieved 10.07.2007, 1993.
- [23]. H. B. Weiser, *Colloid Chemistry*. 1st ed. New York: Wiley, 1949, pp. 97-103.
- [24]. A. Johnson, *Colloid Science*. 1st ed. Fair Lawn, N.J.: Oxford University Press, 1950, pp. 202-207.
- [25]. L. Rahkamo, L. Viikari, J. Buchert, T. Paakkari and T. Suorttidi, "Enzymatic and alkaline treatments of hardwood dissolving pulp," *Cellulose*, vol. 5, pp. 79-88, 1998.
- [26]. G. R. Armando, L. de la Torre, L. A. García-Serrano and A. Aguilar-Elguézabal, "Effect of dialysis treatment on the aggregation state of montmorillonite clay," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 274, pp. 550-554, 2004.
- [27]. R. Nyström, M. Lindén and J. B. Rosenholm, "The Influence of Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, and

- La<sup>3+</sup> on the  $\zeta$  Potential and the Yield Stress of Calcite Dispersions," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 242, pp. 259-263, 2001.
- [28]. University of Maryland homepage. Department of Chemical & Biomolecular Engineering <http://www.eng.umd.edu/~nsw/ench485/lab4.htm#Objectives>, Cellulose degradation, retrieved 01.12.2007.
- [29]. C.A. King, "Cellulose Fiber-to-Fiber and Fines-to-Fiber Interactions: Their Coagulation and Flocculation Tendencies as Affected by Electrolytes and Polymers in and Agitated Water Slurry," Ph.D. Thesis, The Institute of Paper Chemistry, 1975, pp. 50-58.
- [30]. L. Rahkamo, M. Siika-aho, M. Vehviläinen, M. Dolk, L. Viikari, P. Nousiainen and J. Buchert, "Modification of hardwood dissolving pulp with purified trichoderma reesei cellulase", *Cellulose*, vol.3, pp. 153-163, 1996.
- [31]. F. Fushimi, T. Watanabe, T. Hiyoshi, Y. Yamashita and T. Osakai, "Role of interfacial potential in coagulation of cuprammonium cellulose solution," *Applied Polymer Science*, vol.59, issue 1, pp. 15-21, 1995.
- [32]. M. Vehviläinen and P. Nousiainen, "Improving the solubility of enzyme-treated pulp for cellulosic fibre spinning," *Akzo Nobel Surface's Seminar: Cellulosic Man-made Fibers in the new Millenium*, Sweden, 2000.
- [33]. M. Vehvilainen, P. Nousiainen, H. Strusczyk and G. East, "Celsol-Biotransformation of cellulose for fibre spinning, *Proc. Cellucon International Cellulose Conference*, Ellis Horwood Series in Polymer Science and Technology, Wales, 1994.