

# 미세결정셀룰로오스의 제조를 위한 역사 바이오매스의 처리 및 특성연구

성용주<sup>1</sup> · 이영주<sup>1</sup> · 이준우<sup>2</sup> · 김세빈<sup>2</sup> · 박관수<sup>2</sup> · 신수정<sup>3†</sup>

(2010년 11월 29일 접수: 2010년 12월 17일 채택)

## Study of Preparation and Characterization of Microcrystalline cellulose from *Miscanthus sinensis*

Yong Joo Sung<sup>1</sup>, Young-Ju Lee<sup>1</sup>, Joon-Woo Lee<sup>2</sup>, Se-Bin Kim<sup>2</sup>,  
Gwan-Soo Park<sup>2</sup>, Soo-Jeong Shin<sup>3†</sup>

(Received November 29, 2010; Accepted December 17, 2010)

### ABSTRACT

Microcrystalline cellulose (MCC) was prepared from *Miscanthus* in this study. Two pulping methods, soda pulping and alkaline sulfite pulping were applied as a pretreatment process. After pulping, two different bleaching processes such as  $\text{ClO}_2$  treatment followed by  $\text{H}_2\text{O}_2$  treatment and  $\text{O}_3$  treatment followed by  $\text{H}_2\text{O}_2$  treatment were carried out. Two concentration of  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 47% and 57% were applied to the purified *Miscanthus* cellulose as a acid hydrolysis process to make MCC. The crystallinity index and morphological properties of the produced MCC were evaluated with X-ray diffractometer and scanning electron microscopy. The MCC originated from the soda pulping sample showed the higher crystallinity index than that originated from the alkaline sulfite pulping sample. The two stages of treatment with  $\text{O}_3$  and  $\text{H}_2\text{O}_2$  resulted in the higher purified cellulose products.

**Keywords** : microcrystalline cellulose, *Miscanthus*, soda pulping, crystallinity index

1 충남대학교 농업생명과학대학 환경소재공학과 (Dept. of Biobased Materials, College of Agriculture and Life Science, Chungnam Natl. Univ., Daejeon, Republic of Korea)

2 충남대학교 농업생명과학대학 산림환경자원학과 (Dept. of Environment & Forest Resources, College of Agriculture and Life Science, Chungnam Natl. Univ., Daejeon, Republic of Korea)

3 충북대학교 농업생명환경대학 목재·종이과학과 (Chungbuk National University, College of Agriculture, Life & Environment Sciences, Department of Wood and Paper Science, Cheongju, Chungbuk, South Korea)

† Corresponding author: soojeongsef@hotmail.com

## 1. 서론

미세결정셀룰로오스(Microcrystalline cellulose (MCC))는 그 구조적, 화학적 특이성으로 제약산업 및 화장품산업 등에서 충전제, 보수제, 유동특성 향상제로 널리 사용되어 왔고, 식품산업에서도 주요한 증점제, 안정제 등으로 사용되고 있다. 최근 들어서는 다양한 가공식품의 지방대체용 첨가제로서 그 관심이 커지고 있는 천연물질로서, 환경친화적이고 재생가능한 소재이기 때문에 최근 들어 많은 관심의 대상이 되는 바이오복합재료의 충전제 및 고기능성 나노섬유의 원료로 활용하기 위한 미세결정셀룰로오스의 개질 연구도 집중적으로 이루어지고 있는 실정이다<sup>1)</sup>.

MCC는 압착 시 매우 고밀도로 단단한 입자를 형성할 수 있고 이렇게 단단하게 압착된 입자가 물속에서 쉽게 분리 및 해리되는 독특한 특성을 가지고 있을 뿐만 아니라<sup>2)</sup>. 비활성, 무취, 무독성, 고백색의 특성을 가지고 있기 때문에 제약산업에서 타블렛 약제를 만드는 주요한 소재로 활용되고 있다<sup>3)</sup>. 이러한 MCC는  $(C_6H_{10}O_5)_n$ 의 분자식을 가지는  $\beta$  (1->4) glucose 결합 구조로 구성된 셀룰로오스 물질로서 주로 면이나 목질 셀룰로오스를 주원료로 제조되어 왔다. 하지만 실제 MCC는 고순도의 셀룰로오스 원료부터 다양한 비목질 바이오매스까지 다양한 원료를 기반으로 제조가 가능하고, MCC의 높은 활용도와 경제성 때문에 다양한 원료로부터 MCC를 제조하기 위한 연구개발들이 지속적으로 이루어지고 있는 실정이다.

Tang 등은 산 가수분해를 통해 사탕수수, 마, 그리고 면 등의 원료로부터 MCC를 제조하여 MCC 입자의 결정화도, 결정구조의 크기, 결정화도 변화 등 그 특성을 비교분석 하였고,<sup>4)</sup> 그 외 케나프 섬유<sup>5)</sup>, 밀집<sup>6)</sup>, 오일팜 부산물<sup>7)</sup>, 콩껍질<sup>8)</sup> 등 다양한 식물 바이오매스로부터 MCC를 제조하기 연구들이 수행되어 보고되어 왔다.

본 연구에서는 바이오에너지 작물로서 유럽 등지에서 집중적으로 재배 및 활용되고 있는 억새 (Miscanthus)의 고도활용을 위하여 고부가가치 소재인 MCC 제조가 가능한지 여부와 그 특성을 알아보고자 하였다. 본 연구의 재료인 억새는 국내에서도 하천 주변 및 산림 등에 넓게 분포하고 있고, 특히 간척지 및 하천변 등의 비경작지에서 재배가 용이하며 바이오매스 수확량이 커서 산업작물로서 현재 많은 관심의 대상

이 되고 있는 작물이다. 특히 환경보전에 대한 관심으로 목질기반 섬유자원의 수급이 점차 어려워지고 있기 때문에 기존의 목질기반 셀룰로오스 자원을 대체할 수 있는 비목질 섬유자원 원료로서 억새의 활용성을 높이는 것은 그 의미가 크다고 할 수 있다. 더욱이 상업적으로 활용가치를 높이기 위해 고부가가치 소재인 MCC를 제조하기 위한 방안을 알아보고자 억새로부터 셀룰로오스 물질을 추출 및 정제하는 처리를 실시하고, 다양한 농도의 산 가수분해 처리를 통해 MCC를 제조하고 그 특성을 평가하여 보았다. 이러한 연구결과는 향후 다양한 초본류 바이오매스를 기반으로 고부가가치의 MCC를 제조하기 위한 기초자료로 활용될 수 있을 것으로 기대하고 있다.

## 2. 재료 및 방법

### 2.1 재료

본 연구에서 사용된 시료는 충남 대전 원천교 부근에서 12월에 채취한 것으로 채취한 후 억새의 뿌리 및 꽃은 제거하고, 줄기를 자연건조하여 본 실험에 적용하였다. 성분분석을 위하여 건조된 억새시료는 분쇄시키고 40~100 mesh 크기의 분말시료를 준비하였다.

### 2.2 억새 성분분석

억새 내 존재하는 구성성분의 특성을 평가하고자 TAPPI Standard Method T204 cm-97에 따라 냉수추출, 온수추출 및 유기용매(Alcohol-benzene(1:2))추출을 실시하였다. 억새 내 lignin의 함량은 Klason-lignin 평가법(TAPPI Standard Method T222-om-98)을 적용하여 평가하였다. 시료 내의 셀룰로오스 함량을 분석하기 위해 탈지된 시료를 이용하여 0.2ml의  $CH_3COOH$  과 1.0g  $NaClO_2$ 을 적용하여 평가하였다(TAPPI Standard Method T203 cm-99). 시료 내의 무기성분은 TAPPI Standard Method T211-om-02 에 따라 연소로 525±25℃에서 4시간 동안 연소시킨 후 잔류 ash의 함량을 측정하였다.

### 2.3 셀룰로오스의 분리 및 정제

#### 2.3.1 셀룰로오스 분리법

억새 시료에서 셀룰로오스를 분리하기 위하여 소다

펄프화법(Soda Pulping)과 알칼리 아황산 펄프화법(Alkaline Sulfito Pulping)의 두 가지 펄핑법을 각각 적용하였다. 본 증해처리를 위하여 실험실용 증해기를 적용하였고 각각의 조건에서의 증해법은 다음과 같이 실시 하였다.

소다 펄프화법에서는 전건시료 200 g을 액비 5:1 조건으로 활성알칼리농도(A.A; Active alkali) 13% 에 NaOH 18%를 첨가하여, 증해온도 160~165℃, 증해시간 120분으로 하여 실시하였고 이때, A.Q 0.1% 을 첨가하여 증해 처리하였다. 알칼리 아황산 펄프화(alkaline sulfite pulping)법에서는 전건 시료 200 g을 액비 5:1 조건에서 활성알칼리농도 (A.A; Active alkali) 18%에 Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>14.4%,NaOH3.6%,온도는 160~165℃, 시간은 120분, AQ 0.1% 을 첨가하여 증해 처리하였다. 각각의 펄핑 조건을 Table 1에 나타내었다. 증해가 끝난 후 얻은 펄프는 200 mesh를 사용하여 미세분을 분리한 후 다음 단계 처리를 실시하였다.

2.3.2 1차 정제 처리

소다펄프화법과 알칼리 아황산 펄프화법으로 얻은 시료를 각각 ClO<sub>2</sub>와 오존을 적용하여 셀룰로오스 이외의 잔류 리그닌 등의 불순물을 용해 및 분리처리하였다. ClO<sub>2</sub>의 효율적인 적용을 위하여 증해 처리 후 시료에 ClO<sub>2</sub>약품을 첨가하고 CH<sub>3</sub>COOH을 이용하여pH 3~4를 맞추어준 뒤 항온수조에서 반응시켰다. 본 실험에 적용된 처리조건은 아래Table 2에 정리하였다.

2.3.3 2차 정제 처리

ClO<sub>2</sub>과 오존에 의해 각각 처리된 시료들을 과수(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)를 적용하여 2차 정제처리 하였다. 첨가약품으로는 과산화수소를 첨가한 뒤, NaOH를 사용하여 pH를 11로 처리조건을 조절하였다. 다음의 Fig. 1 은 역세로부터 MCC를 제조하기 위한 공정 및 처리단계를 도식적으로 나타낸 것이다.

2.3.4 Microcrystallin Cellulose (MCC) 제조 방법

소다펄프화법과 아황산펄프화법 공정으로 얻어진 시료를 ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>와 O<sub>3</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>의 순서로 2단 정제처리를 실시하여 정제처리 한 후, 여기서 얻어진 4가지의 시료 (A, B, C, D)에 황산을 적용하여 산가수분해를 실시하였다. 산가수분해시 산 농도에 따라 실제 결정화도의 변화 정도를 평가하기 위해 알아보기 위해 실제 MCC의 제조시 가장 좋은 효과를 나타내는 것으로 보고된 황산 47%와 57%의 두 가지 농도를 적용하였다. 각각의 황산을 첨가 후 항온수조(60℃)에 1h 동안 처리

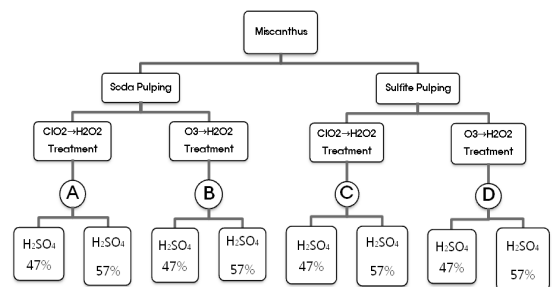


Fig. 1. Schematic diagram of MCC manufacturing processes from Miscanthus

Table 1 Pulping conditions for Miscanthus

	soda pulping	Alkali sulfite Pulping(A.S)
Active Alkali (%)	13	18
Heating time to cooking temperature (min)	30	30
Cooking time at maximum temperature (min)	120	120
Maximum temperature (℃)	163	163
Liquor ratio	5:1	5:1

Table 2. Conditions of purifying processes

Chemicals	pH	Time(min)	Temperature(℃)
ClO <sub>2</sub> with Acetic acid	3~4	90	70
O <sub>3</sub> withAcetic acid	3~4	60	25
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> with NaOH	11~12	90	70

하고 0.5N NaOH를 이용하여 중화시킨 후 세척하였다. 처리된 시료는 동결건조기를 (Vacuum Freeze dryer, Tokyo Rikakikai. JP/FDU-2100) 이용하여 12 시간 동안 건조 하여 그 특성을 평가하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 억새 성분분석 결과

억새의 줄기의 성분분석 결과는 Table 3 정리하였다. 억새의 성분분석 결과 회분의 함량이 적고 홀로셀룰로오스의 함량은 70% 이상으로 나타났다.

**Table 3. Chemical composition of Miscanthus Stem w.t%**

	Miscanthus
Cold water extracts (%)	6.3
Hot water extracts (%)	12.2
Alcohol-benzen extracts (%)	4.1
Ash (%)	0.06
Klason Lignin (%)	25.0
Holocellulose (%)	71.5

#### 3.2 펄핑처리 후 섬유특성

소다 펄핑을 실시한 결과 처리 후 시료 내 잔류 lignin

**Table 4. Characteristic of Miscanthus pulp after Soda pulping and Alkaline sulfite pulping**

	Soda pulping	Alkali sulfite pulping
Total yield (%)	44.3	37.2
Kappa No	9.86	8.63
Lignin in Pulp (%)	1.45	1.23

의 양이 1.45%으로 리그닌이 대부분 제거 된 것을 알 수 있었고, 이때 펄핑 후 수율은 44.3%로 나타났다. 아황산 펄핑 후 얻어진 섬유 내 잔류 lignin의 양 역시 1.23%로 목표했던 5% 미만의 잔존 리그닌을 얻을 수 있었고, 이때의 수율은 37.2%로 상대적으로 수율이 낮은 것으로 나타났다. 펄핑처리에 의한 결과는 Table 4에 정리하였다.

#### 3.3 정제처리에 의한 영향

펄핑 처리한 각 시료를  $\text{ClO}_2$ 와  $\text{O}_3$ 를 각각 적용한 1차 정제처리 및 과수를 활용한 2차 정제처리를 통하여 리그닌 등의 불순물을 추가적으로 제거하였다.

소다펄핑 후  $\text{ClO}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 처리한 시료를 A, 소다펄핑 후  $\text{O}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 처리한 시료를 B, 아황산 펄핑 후  $\text{ClO}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 처리한 시료를 C, 아황산 펄핑 후  $\text{O}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 처리한 시료를 D, 라고 각 시료를 명명하여 그 결과를 다음과 같이 나타내었다.

실제 2단계의 정제처리를 실시한 후 각 처리단계별 시료의 Kappa No 변화를 평가하여 잔류 리그닌의 변화를 평가하였다. Table 5에서 나타난 것과 같이 펄핑 후 측정된 Kappa No에 비해 2단 정제처리 과정을 거친 4개의 시료들의 Kappa No.가 2 이하로 급격히 낮아지는 것을 볼 수 있었다. 1차 처리 후와 2차 처리 후의 Kappa No.를 비교해보면  $\text{ClO}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 처리 과정을 거친 샘플보다  $\text{O}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 단계의 처리를 실시한 경우에 Kappa No.가 더 낮게 나타나는 것을 알 수 있었다.

이 결과로 보아 펄핑 시 제거되지 않은 잔존 리그닌은 이후 연속적인 정제처리공정을 통해 대부분 제거될 수 있음을 알 수 있었고, 소다펄핑 후 시료를  $\text{O}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 처리 하였을 때 그 정제효과가 더욱 크게 나타나는 것을 알 수 있었다. 전체 처리단계를 볼 때 2단계의 정제처리에 의해 셀룰로오스의 순도가 더욱 높아지는 효과를 보이는 것을 알 수 있었다.

**Table 5. Kappa No. of samples depending on the pulping types and the purifying processes**

		After pulping	After 1st treatment	After 2nd treatment
Soda pulping	A	9.86	1.95	1.66
	B	9.86	1.59	1.35
Alkali sulfite pulping	C	8.36	1.61	1.47
	D	8.36	1.53	1.22

### 3.4 MCC 특성 비교

소다 펄핑과 알칼리 아황산 펄핑 후 2가지 서로 다른 정제처리 실시하고 이에 각각 47, 57% 농도의 황산으로 산가수분해 처리를 실시함으로써 총 8가지 조건으로 제조된 시료를 얻을 수 있었다.

정제과정을 거치고 산가수분해를 이용해 만든 A 시료의 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 47%처리시료 및 57% 처리시료와 산가수분해 전 샘플인 A 시료, C 시료의 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 47%처리 시료와 57% 처리시료, 그리고 가수분해를 하지 않은 상태의 C 시료를 X-선 회절 분광법(XRD)를 이용하여 X-Ray diffraction pattern을 측정하였다. 이렇게 얻어

진 결과를 바탕으로 각 시료의 결정화도(Crystallinity Index(CrI))를 Segal's formula에 따라  $2\theta = 22.6^\circ, 19^\circ$ 로  $[CrI = I_{002} \cdot I_{am} / I_{002}]$ 을 활용하여 평가하였다.<sup>10)</sup>

Fig 2.에서 보여지듯이 기존의 표준 MCC 셀룰로오스(Avicel MCC)과 본 실험에서 제조된 MCC의 특성을 비교하였다. 결정화도는 회절각 범위  $2\theta = 18^\circ \sim 25^\circ$ 에서 나타났으며, CrI(%)의 I<sub>002</sub>의 002는  $2\theta = 22.6^\circ$ 의 피크 intensity, I<sub>am</sub>의 am은  $2\theta = 19^\circ$ 의 피크 intensity로 계산해본 결과 Table 6에서 제시된 바와 같이 산가수분해 처리에 따라 결정화도가 높아지며, 소다 펄핑으로 제조된 시료의 경우 알칼리 아황산 펄핑의 시료보다 산처리 전 후에서 모두 상대적으로 높은 결정화도를 나타내는 것을 볼 수 있었다.

### 3.5 MCC의 형태적 특성 평가

황산 47% 및 57%로 산가수분해를 시킨 총 8개의 시료를 각각 SEM으로 평가하여 그 형태적 특성을 비교 평가하였다.(Fig. 3) 본 실험을 통해 제조된 MCC의 폭은 10 $\mu$ m 내외인 것으로 평가되었고, 산가수분해 전과 후를 비교했을 때 산가수분해 처리 후 fiber의 길이가

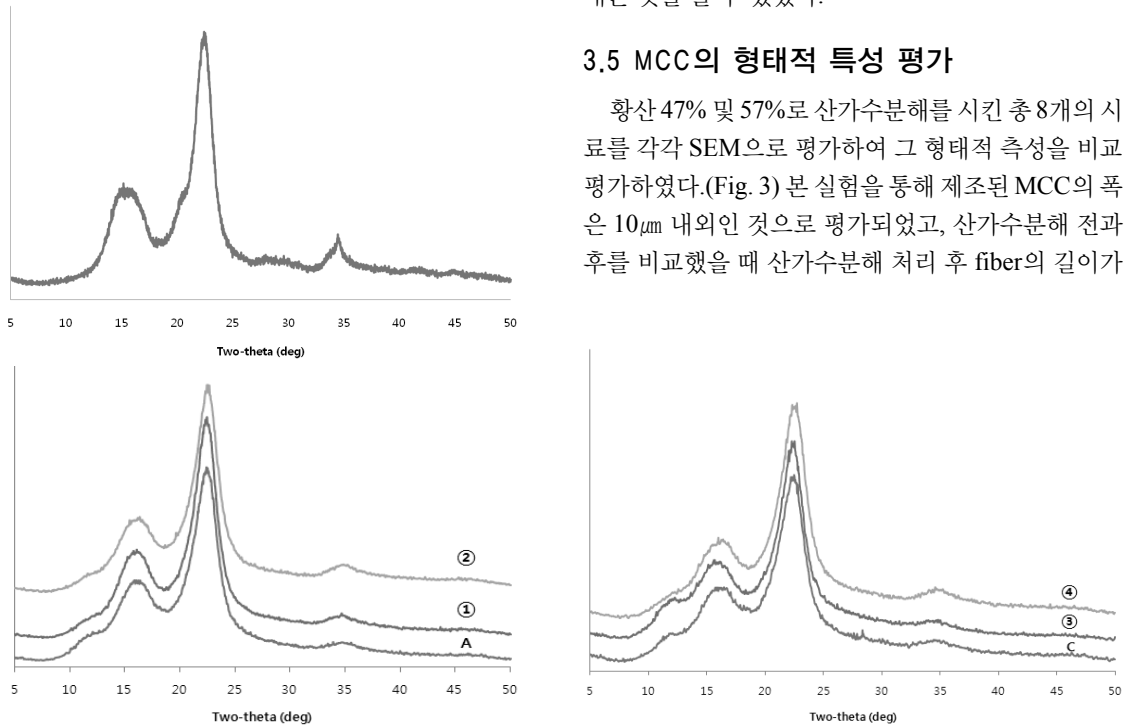
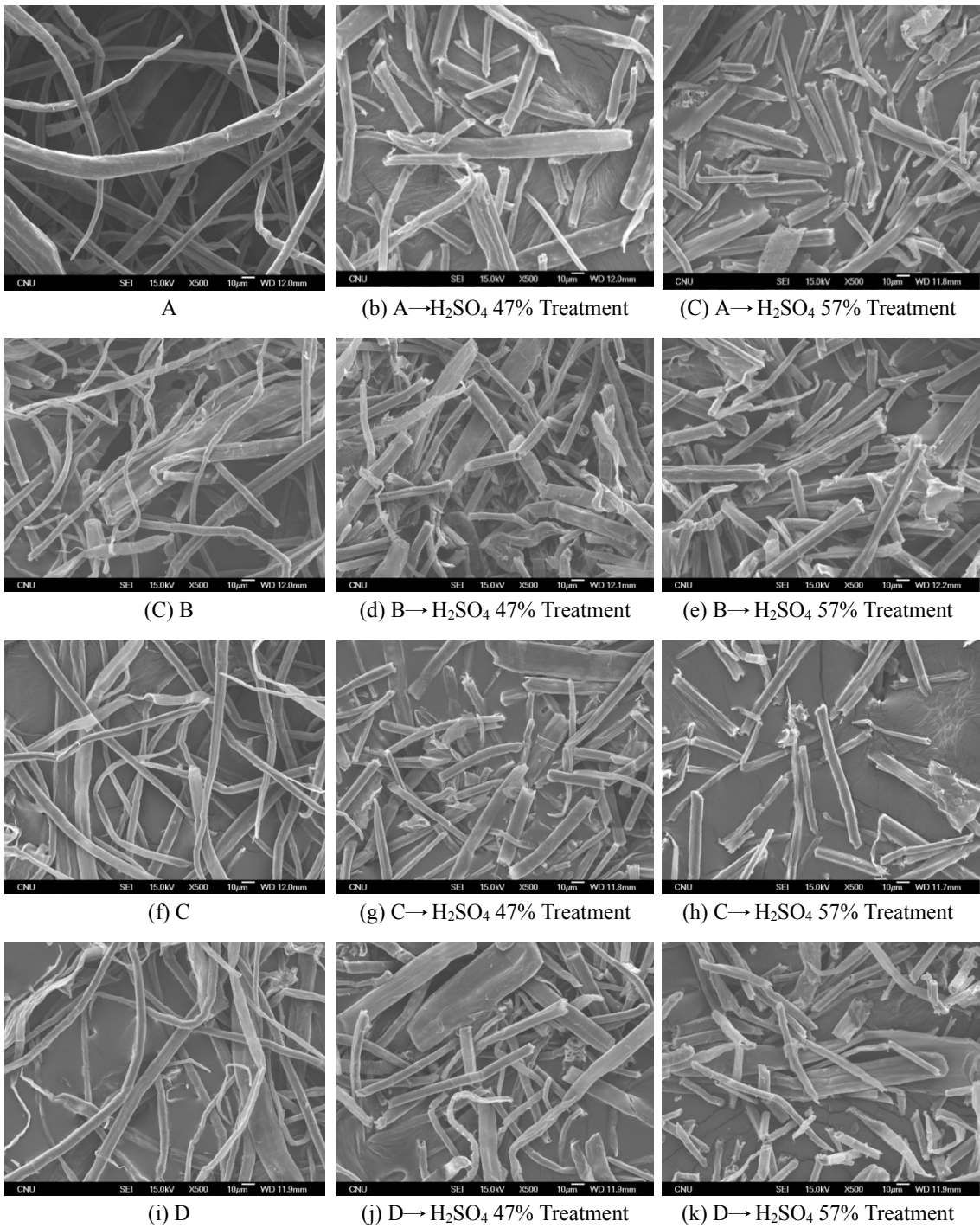


Fig. 2. XRD Pattern of (a) Standard MCC (Avicel), (b) A: ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> treatment after Soda pulping, ①: A+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 47% treatment, ②: A+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 57% treatment (c) C: ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> after to Alkali sulfite pulping, ③: C+ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 47% treatment, ④: C+ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 57% treatment.

Table 6. Crystallinity Index (%) of Standard MCC (Avicel), A: ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> treatment after Soda pulping, ①: A+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 47% treatment, ②: A+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 57% treatment, C: ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> after to Alkali sulfite pulping, ③: C+ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 47% treatment, ④: C+ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 57% treatment.

	Standard MCC	A	①	②	C	③	④
Crystallinity Index (%)	77.90	68.69	72.61	72.39	64.28	66.71	69.11



**Fig. 3.** Scanning Electron Microscope (SEM) of microcrystalline cellulose (MCC) ( A : ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> treatment after Soda pulping, B: O<sub>3</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> treatment after Soda pulping, C: ClO<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> treatment after Alkaline sulfite pulping, D: O<sub>3</sub>→H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> after Alkaline sulfite pulping bleaching)

100  $\mu\text{m}$  이내로 줄어든 것을 볼 수 있었다. MCC를 소다 펄핑과 아황산 알칼리 펄핑 조건으로 비교해 보았을 때 아황산 알칼리 펄핑으로부터 얻은 MCC의 폭이 소다 펄핑으로 얻은 MCC의 폭보다 다소 작아지는 것을 볼 수 있었다. 대부분의 경우에 있어서 농도가 높은 산으로 처리한 경우에 좀더 가늘고 짧은 형태적 특성을 나타내는 것을 볼 수 있었다.

#### 4. 결론

본 연구에서는 최근 들어 많은 관심의 대상이 되고 있는 비목재 바이오매스인 억새를 소다 펄핑과 아황산 펄핑 후 다단계 정제처리를 실시하여 셀룰로오스 이의 불순물을 제거하였다. 이렇게 얻어진 셀룰로오스 시료에 대하여 두 가지 농도의 황산 산가수분해를 실시하여 MCC를 제조하였고 그 이화학적 특성을 평가하여 각 처리 단계에 의한 영향을 알아보았다. 각 공정에 의해 제조된 MCC의 형태적, 구조적 특성 등을 주사전자 현미경과 X-선 회절 분광법(XRD)를 활용하여 분석하였고,  $\text{ClO}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2/\text{O}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 의 두 단계 정제 처리과정에 의한 리그닌의 제거 정도를 알아보기 위해 각 단계별 Kappa No.를 측정하여 분석하였다. 특히 산가수분해를 시행하기 위해 사용한 두 가지 황산 농도 47% 및 57%에 따른 산 농도 차이에 의하여 시료의 결정화도는 크게 나타나지 않는 것을 XRD분석을 통해 확인 할 수 있었다. 다음은 본 연구의 결과를 요약한 것이다.

1. XRD 측정결과에서 볼 때 두 가지 펄핑 조건으로부터 제조된 MCC의 결정화도를 표준 MCC와 비교했을 때 소다 펄핑으로 얻어진 섬유를 활용하여 제조된 MCC의 CrI(%)가 ①72.61%, ②72.39% 로써 알칼리 아황산 펄핑으로 얻은 cellulose 로 제조한 MCC의 CrI(%) ③ 66.71%, ④69.11%에 비해 표준 MCC 결정화도, 77.9%와 좀 더 근접한 결과를 얻을 수 있었다.

2. 형태학적 특성을 비교해본 결과 소다 펄핑 후 표백 과정 후 산 가수분해한 MCC의 길이와 알칼리 아황산 펄핑으로 얻은 MCC와 유사한 것을 볼 수 있었고, 황산 농도가 47%일 때 비해 57%일 때의 MCC의 폭과 길이가 감소되는 것을 확인할 수 있었다.

3. 이상의 연구결과로 볼 때 MCC 제조시 소다펄핑으로 얻은 펄프를 두 단계 처리를 적용하여 추가적으로

불순물을 제거하고 높은 농도로 가수분해 시켜 제조한 MCC의 결정화도가 높게 나타났고, 정제처리 시에는  $\text{O}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$ 단계의 공정이 더 효과적으로 불순물을 제거할 수 있는 것을 확인할 수 있었다.

## 사 사

본 연구는 산림청 ‘산림과학기술개발사업(과제번호: S211010L010000)’의 지원에 의하여 이루어진 것입니다.

## 인용문헌

1. 조미정, 박병대, Isolation and Characteristics of Nanocelluloses from Microcrystalline Cellulose by Acid Hydrolysis, 한국펄프·종이공학회, 한국펄프·종이공학회 2009년 추계학술발표 논문집:185~195(2009).
2. Ejikeme, P. M., Investigation of the physicochemical properties of microcrystalline cellulose from agricultural wastes 1: Orangemesocarp, Cellulose, Vol.15:141-147(2008).
3. Ek, R., Wormald, P, Ostelius, J., Iversen, T., and Nystrom, C., Crystallinity index of microcrystalline cellulose particles compressed into tablets, International Journal of Pharmaceutics, No.125 : 257-264 (1995).
4. TANG, L.-C., and HON, D. N.-S, Evaluation of Microcrystalline Cellulose. 1. Changes in Ultrastructural Characteristics During Preliminary Acid Hydrolysis., Journal of Applied Polymer Science, Vol. 59: 483-488 (1996).
5. Wang, D., Shang, S-B, Song, Z-q, and Lee, M-K., Evaluation of microcrystalline cellulose prepared from kenaf fibers, Journal of Industrial and Engineering Chemistry, Vol.16: 152-156 (2010).
6. Sun, R.C., Tomkinson, J., Wang, Y.X., and Xiao, B., Physico-chemical and structural characterization of hemicelluloses from wheat straw by alkaline peroxide extraction, Polymer, Vol.41:2647-2656 (2000).
7. Soom, R. M., Aziz, A.A., Hassan, W.H.W., and Top,

- A.G., Solid-state characteristics of microcrystalline cellulose from oil plum empty fruit bunch fiber, *Journal of Oil Plum Research*, Vol.21: 613-620 (2009).
8. Ueus, M. Y., Pineda, E. A. G., and Hechenleitner, A. A. W., Microcrystalline cellulose from soybean husk: effects of solvent treatments on its properties as acetylsalicylic acid carrier, *Int. J. of Pharamaceutics*, Vol. 206: 85-96 (2000).
9. Kunal Das., Dipa Ray., N. R. Bandyopadhyay., Tony Ghosh., Amar K. Mohanty., and Manjusri Misra., A study of the mechanical, thermal and morphological properties of microcrystalline cellulose particles prepared from cotton slivers using different acid concentrations, *Journal of cellulose*, Vol.16: 783-793 (2009).
10. Paek, H. S., Park, J. S., Jo, S. M., Lee, W. S., and Kim, K. J., The effects of preparation conditions of cellulose/NMMO solution on physical properties of fibers, *Journal of the Korea Fiber Society.*, Vol.30 : 569-577 (1993).