



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN SEDERHANA

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten Sederhana kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : UNIVERSITAS DIPONEGORO
Jl. Prof. Soedarto, SH Tembalang,
Semarang, 50275,
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : PROSES PEMBUATAN BIOKOMPOSIT BERBAHAN BAKU PATI
ONGGOK TAPIOKA BERPENGUAT SELULOSA MIKROFIBRIL
BAMBU TERASETILASI DENGAN MINYAK GORENG BEKAS
TEREPOKSIDASI SEBAGAI PEMLASTIS DAN SARI JERUK NIPIS
SEBAGAI AGEN PENGIKAT SILANG

Inventor : Silviana
Siti Susanti
Agus Subagio

Tanggal Penerimaan : 08 Januari 2019

Nomor Paten : IDS000002720

Tanggal Pemberian : 17 Desember 2019

Perlindungan Paten Sederhana untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 10 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 23 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten Sederhana ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.
NIP. 196611181994031001

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDS000002720 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 17 Desember 2019

(51) Klasifikasi IPC⁸ : C 08J 3/00(2006.01), C 08J 5/00(2006.01), C 08L 3/00(2006.01), C 08L 101/00(2006.01), C 08L 89/00(2006.01), C 08L 1/00(2006.01)

(21) No. Permohonan Paten : SID201900196

(22) Tanggal Penerimaan: 08 Januari 2019

(30) Data Prioritas :
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(43) Tanggal Pengumuman: 12 April 2019

56) Dokumen Pemandang:
P00200800473
P00201406467

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
UNIVERSITAS DIPONEGORO
Jl. Prof. Soedarto, SH Tembalang,
Semarang, 50275,
INDONESIA

(72) Nama Inventor :
Silviana, ID
Siti Susanti, ID
Agus Subagio, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Ir. Ahmad Fauzi

Jumlah Klaim : 3

PROSES PEMBUATAN BIOKOMPOSIT BERBAHAN BAKU PATI ONGGOK TAPIOKA BERPENGUAT SELULOSA

Judul Invensi : MIKROFIBRIL BAMBU TERASETILASI DENGAN MINYAK GORENG BEKAS TEREPOKSIDASI SEBAGAI PEMLASTIS DAN SARI JERUK NIPIS SEBAGAI AGEN PENGIKAT SILANG

Abstrak :

Invensi ini berkaitan dengan suatu proses pembuatan biokomposit dengan bahan baku pati onggok tapioka. Lebih khusus pembuatan biokomposit dari pati onggok tapioka dengan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi sebagai bahan penguat, minyak goreng bekas terepoksidasi sebagai pemlastis dan bahan tambahan sari jeruk nipis yang berfungsi sebagai agen pengikat silang. Suatu komposisi komposit terdiri dari pati onggok tapioka sebanyak 4% b/v, selulosa mikrofibril bambu terasetilasi sebanyak 1% b/v, pemlastis minyak goreng bekas terepoksidasi 0,125% v/v, pemlastis gliserol 0,25% v/v, dan sari jeruk nipis 0,25% v/v. Pembuatan biokomposit pati onggok tapioka melalui tahap preparasi selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, tahap pencampuran, tahap pemanasan dan tahap pengeringan.



Deskripsi

**PROSES PEMBUATAN BIOKOMPOSIT BERBAHAN BAKU PATI ONGGOK TAPIOKA
BERPENGUAT SELULOSA MIKROFIBRIL BAMBU TERASETILASI DENGAN
5 MINYAK GORENG BEKAS TEREPOKSIDASI SEBAGAI PEMLASTIS DAN SARI
JERUK NIPIS SEBAGAI AGEN PENGIKAT SILANG**

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berkaitan dengan suatu proses pembuatan
10 biokomposit dengan bahan baku pati ongkok tapioka. Lebih khusus
pembuatan biokomposit dari pati ongkok tapioka dengan selulosa
mikrofibril bambu terasetilasi sebagai bahan penguat, minyak
goreng terepoksidasi sebagai pemplastis dan bahan tambahan sari
jeruk nipis yang berfungsi sebagai agen pengikat silang.

15

Latar Belakang Invensi

Pati sebagai salah satu jenis polimer yang diekstraksi dari
biomassa memiliki potensi untuk dapat digunakan sebagai bahan
baku pembuatan biokomposit. Hal tersebut didasarkan pada jumlah
20 pati yang melimpah di alam dan mudah diperoleh serta memiliki
harga yang murah. Biokomposit yang dihasilkan dari pati memiliki
berbagai keunggulan, diantaranya adalah permeabilitas yang
rendah terhadap oksigen dan karbondioksida, sifatnya yang tidak
berwarna dan transparan, serta tidak berbau dan beracun sehingga
25 tidak mempengaruhi kualitas bahan makanan yang akan dikemas.

Pemanfaatan ongkok tapioka sebagai sumber pati memiliki
berbagai kelebihan. Ongkok tapioka yang merupakan limbah hasil
pembuatan pati tapioka masih mengandung pati sebanyak 10% dan
50% pada basis kering (Teixeira et. al, 2012). Dengan
30 memanfaatkan ongkok tapioka sebagai sumber pati yang digunakan
sebagai bahan baku biokomposit maka kompetisi penggunaan pati

sebagai bahan pangan dan material dapat diminimalkan karena pada dasarnya onggok tapioka merupakan limbah yang tidak cocok untuk menjadi sumber bahan pangan.

Biofilm yang dihasilkan dari bahan baku pati tunggal
5 memiliki sifat mekanik yang lemah yaitu keras, tidak elastis, rapuh dan memiliki nilai *tensile strength* (kuat tarik) yang rendah dan kemampuan menyerap air dilingkungan yang tinggi (permeabilitas terhadap air yang tinggi). Berbagai bahan tambahan atau *additive* digunakan untuk meningkatkan sifat mekanik biofilm
10 atau biokomposit dari pati.

Berbagai proses pembuatan biokomposit telah dikembangkan dalam upaya mengurangi penggunaan plastik konvensional yang disintesis dari minyak bumi. Pada US Patent 5992379A tahun 1999 dengan inventor Shu Huan Wang, menjelaskan proses pembuatan
15 biokomposit dengan bahan baku pati dan isolat protein, pemlastis yang berfungsi untuk meningkatkan elastisitas adalah senyawa-senyawa poliol (gliserol, sorbitol dll.), bahan pengisi yang digunakan untuk penguat biokomposit diantaranya serat selulosa alam (serat dari rumput, kayu, batang jagung dll.) dengan ukuran
20 40 sampai 100 mesh. Paten-paten lain US Patent 6103790 tahun 2000 menggunakan bahan pengisi selulosa berstruktur kristalin tipe II untuk penguat resin, US Patent 6758996B2 tahun 2004 menggunakan selulosa untuk memperkuat polimer sintesis seperti HDPE. Adapun pembuatan selulosa mikrofibril telah banyak
25 dijelaskan seperti pada paten WO2014/147293 (metode Pulp Krafting dengan NaOH 10-40%), WO 2016/066904 (dengan tekanan tinggi hingga 2000 bar microfluidizer), US 8747612B2 (dengan ekstruder) dan IDS 000001865 (dengan ultrasonikasi dan high energy milling).

30 Gugus hidroksil pada selulosa mikrofibril memungkinkan untuk dapat menyerap kelembaban pada lingkungan (memiliki sifat hidrofilik) sehingga modifikasi pada selulosa mikrofibril perlu dilakukan diantaranya adalah pada paten US 0296078A1 tahun 2012

yang melakukan proses asetilasi pada selulosa yaitu mensubstitusi gugus hydrogen dengan gugus asetil yang bersifat hidrofobik. Hal yang sama juga telah dilakukan pada patent US654988 (asetat anhidrit dengan asam sulfat menghasilkan asetil selulosa), US4590266A (asetat anhidrit dalam asam asetat dengan katalis asam sulfat), US1652573A (asam asetat dalam asam sulfat), CA2089117A1 (asam asetat dan asam asetat anhidrat) dan US3403145A (asam asetat glasial dan asam asetat anhidrit).

Substansi dari invensi ini adalah proses pembuatan biokomposit berbahan dasar pati onggok tapioka yang diperkuat dengan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, minyak goreng bekas terepoksidasi sebagai pemlastis dan bahan tambahan berupa sari jeruk nipis yang berfungsi sebagai agen pengikat silang. Metode pembuatan dilakukan dengan urutan preparasi selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, pembuatan larutan polimer dengan tambahan pemlastis minyak goreng bekas terepoksidasi dan bahan tambahan sari jeruk nipis, pencetakan, kemudian pengeringan biokomposit. Invensi ini menekankan penggunaan limbah sebagai sumber pati dalam pembuatan biokomposit sehingga material yang digunakan tidak berkompetisi dengan sumber pangan. Selain itu perpaduan antara pati onggok tapioka sebagai matriks, selulosa mikrofibril sebagai penguat, minyak goreng bekas terepoksidasi sebagai pemlastis, dan sari jeruk nipis sebagai agen pengikat silang akan dapat menghasilkan biokomposit dengan sifat mekanik yang baik.

Ringkasan Invensi

Invensi ini adalah suatu komposisi biokomposit serta proses pembuatannya. Suatu proses pembuatan biokomposit dari pati onggok tapioka dengan penambahan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, minyak goreng bekas terepoksidasi, gliserol dan sari jeruk nipis terdiri dari langkah-langkah sebagai berikut:



(a) membuat selulosa mikrofibril bambu terasetilasi; (b) membuat biokomposit.

Proses pembuatan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi pada tahap a dapat dilakukan sebagai berikut:

- 5 - menyiapkan selulosa mikrofibril bambu dengan prosedur mengacu pada paten IDS000001865;
- membuat larutan selulosa mikrofibril bambu dengan perbandingan 1/20 (b/v) dengan berbantuan proses sonikasi selama 30 menit;
- 10 - menambahkan asam asetat glasial (AAG) ke dalam larutan selulosa mikrofibril tetes demi tetes dan pH larutan dijaga pada pH 9 menggunakan larutan NaOH, adapun perbandingan massa AAG dengan selulosa mikrofibril yang digunakan untuk proses asetilasi selulosa mikrofibril bambu adalah 2:1;
- 15 - mendiamkan larutan selama 60 menit;
- mengakhiri reaksi atau terminasi reaksi dengan menambahkan asam klorida sehingga pH larutan menjadi 5;
- mengendapkan dan menetralkan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi yang telah dibentuk;
- 20 - mengeringkan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi.

Proses pembuatan biokomposit pada tahap b dapat dilakukan sebagai berikut:

- membuat larutan selulosa mikrofibril dengan konsentrasi 1% (b/v) berbantuan proses sonikasi selama 2 jam;
- 25 - mencampurkan pati onggok tapioka sebanyak 4% (b/v), minyak goreng bekas terepoksidasi sebanyak 0,125% (v/v) serta gliserol 0,25% (v/v) larutan yang dibuat ke dalam larutan selulosa mikrofibril bambu;
- memanaskan dan mengaduk larutan polimer biokomposit hingga
- 30 suhu 90°C atau suhu gelatinasinya;
- mendinginkan sambal terus mengaduk larutan polimer biokomposit hingga suhunya 60°C;

- menambahkan sari jeruk nipis sebanyak 0,25% (v/v) larutan polimer biokomposit;
- mencetak larutan polimer biokomposit kedalam cetakan akrilik;
- 5 - mengeringkan larutan polimer biokomposit pada suhu ruangan selama 1-2 hari.

Uraian Singkat Gambar

10 Gambar 1 adalah perbandingan hasil analisis *kuat tarik* biokomposit pada berbagai konsentrasi selulosa mikrofibril terasetilasi

Uraian Lengkap Invensi

15 Invensi ini adalah komposisi biokomposit pati onggok tapioka beserta proses pembuatannya. Komposisi biokomposit terdiri dari pati onggok tapioka, selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, pemalastis minyak goreng bekas terepoksidasi dan gliserol, serta sari jeruk nipis.

20 Pati onggok tapioka sebagai bahan utama dalam pembuatan biokomposit bertindak sebagai matriks yang terdiri atas komponen utama yaitu amilosa dan amilopektin. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Teixeira et. al pada tahun 2012, morfologi dari pati onggok tapioka terdiri dari kristalin tipe A dengan 2θ pada *range* 15 - 18° dan kristalin tipe B dengan 2θ pada *range* 19-22°. 25 Hal tersebut dapat dijelaskan bahwa pada saat ekstraksi terdapat granula pati yang terkikis karena adanya proses mekanik.

30 Selulosa mikrofibril bambu yang telah mengalami proses asetilasi akan terjadi modifikasi pada permukaannya yaitu penggantian gugus hidroksil yang memiliki sifat hidrofilik dengan gugus asetil yang memiliki sifat hidrofobik melalui reaksi esterifikasi. Selulosa mikrofibril bambu terasetilasi

yang berperan sebagai bahan penguat (*reinforce*) pada biokomposit merupakan suatu bahan yang memiliki sifat mekanik yang baik (Bulota et. al, 2012).

5 Agen pemlastis berupa minyak goreng bekas terepoksidasi dan gliserol memiliki fungsi untuk menurunkan interaksi intermolekular pada pati dengan cara pembentukan ikatan hidrogen dengan antara pati dan pemlastis, sehingga kekakuan film akan menurun dan fleksibilitasnya meningkat. Namun pada penelitian yang dilakukan Belhasen et. al pada tahun 2014, minyak kedelai
10 terepoksidasi (ESO) yang ditambahkan pada biofilm pati dapat bertindak sebagai agen pengikat silang dengan cara reaksi kondensasi antar cincin epoksida dan gugus hidroksil. Hal tersebut dibuktikan dengan semakin menurunnya *peak* cincin epoksida dengan ciri berada pada panjang gelombang 824 cm^{-1} pada
15 waktu reaksi yang lebih lama.

Sari jeruk nipis memiliki peranan sebagai agen pengikat silang. Hal tersebut dikarenakan di dalam sari jeruk nipis terdapat kandungan asam sitrat sebanyak 45,8 gram/liter (Penniston et. al, 2008). Asam sitrat dapat bertindak sebagai
20 agen pengikat silang dikarenakan memiliki tiga gugus fungsional yaitu gugus karboksil yang dapat bereaksi dengan gugus hidroksil dan cara reaksi eseterifikasi sehingga molekul-molekul pati dapat terhubung satu sama lain membentuk suatu ikatan silang.

Pembuatan biokomposit pati onggok tapioka melalui tahap
25 preparasi selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, tahap pencampuran, tahap pemanasan dan tahap pengeringan. Proses asetilasi selulosa mikrofibril bambu dilakukan dengan jalan pembuatan larutan selulosa mikrofibril 1/20 (b/v) dan proses disperse selulosa mikrofibril kedalam air dibantu menggunakan
30 batang ultrasonik selama 30 menit. Selanjutnya pengkondisian pH 9 pada larutan selulosa mikrofibril dengan penambahan larutan NaOH selama 30 menit. Kemudian asam asetat glasial diatambahkan ke larutan selulosa mikrofibril secara perlahan tetes demi tetes

sambal menjaga pH tetap pada 9 sebanyak 2 kali massa yang selulosa mikrofibril yang terhomogenkan, reaksi asetilasi dilangusungkan selama 1 jam. Terminasi reaksi dilakukan dengan cara penambahan larutan HCl hingga pH larutan 5. Proses akhir dari asetilasi selulosa mikrofibril adalah mencuci larutan selulosa mikrofibril yang telah direaksikan hingga netral dan pengeringan. Pada tahap awal pembuatan biokomposit pati onggok tapioka, sebanyak 1% (b/v) larutan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi yang telah disonikasi selama 2 jam dicampur dengan pati onggok tapioka sebanyak 4% (b/v), minyak goreng bekas terepoksidasi sebanyak 0,125% (v/v) serta gliserol 0,25% (v/v). Larutan polimer biokomposit dipanaskan dan diaduk hingga suhu 90°C atau suhu gelatinasinya. Langkah selanjutnya, larutan biokomposit didinginkan hingga suhu 60°C untuk kemudian ditambahkan sari jeruk nipis sebanyak 0,25% (v/v). Tahap akhir dari proses pembentukan biokomposit adalah pencetakan di cetakan akrilik dan pengeringan selama 1-2 hari. Biokomposit yang dihasilkan dicirikan dengan memiliki nilai kuat tarik 24,59 MPa dan temperatur transisi gelas 33,53 °C.

Klaim

1. Suatu proses pembuatan biokomposit dari pati onggok tapioka dengan penambahan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, minyak goreng bekas terepoksidasi, gliserol dan sari jeruk nipis terdiri dari langkah-langkah sebagai berikut:
 - a. membuat selulosa mikrofibril bambu terasetilasi;
 - b. membuat biokomposit.

2. Proses pembuatan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi menurut klaim 1 pada tahap a dapat dilakukan sebagai berikut:
 - menyiapkan selulosa mikrofibril bambu dengan prosedur mengacu pada paten IDS000001865;
 - membuat larutan selulosa mikrofibril bambu dengan perbandingan 1/20 (b/v) dengan berbantuan proses sonikasi selama 30 menit;
 - menambahkan asam asetat glasial (AAG) ke dalam larutan selulosa mikrofibril tetes demi tetes dan pH larutan dijaga pada pH 9 menggunakan larutan NaOH, adapun perbandingan massa AAG dengan selulosa mikrofibril yang digunakan untuk proses asetilasi selulosa mikrofibril bambu adalah 2:1;
 - mendinginkan larutan selama 60 menit;
 - mengakhiri reaksi atau terminasi reaksi dengan menambahkan asam klorida sehingga pH larutan menjadi 5;
 - mengendapkan dan menetralkan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi yang telah dibentuk;
 - mengeringkan selulosa mikrofibril bambu terasetilasi.

3. Proses pembuatan biokomposit menurut klaim 1 pada tahap b dapat dilakukan sebagai berikut:
 - membuat larutan selulosa mikrofibril dengan konsentrasi 1% (b/v) berbantuan proses sonikasi selama 2 jam;
 - mencampurkan pati onggok tapioka sebanyak 4% (b/v), minyak goreng bekas terepoksidasi sebanyak 0,125% (v/v) serta

gliserol 0,25% (v/v) larutan yang dibuat ke dalam larutan selulosa mikrofibril bambu;

- memanaskan dan mengaduk larutan polimer biokomposit hingga suhu 90°C atau suhu gelatinasinya;

5 - mendinginkan sambil terus mengaduk larutan polimer biokomposit hingga suhunya 60°C;

- menambahkan sari jeruk nipis sebanyak 0,25% (v/v) larutan polimer biokomposit;

10 - mencetak larutan polimer biokomposit kedalam cetakan akrilik;

- mengeringkan larutan polimer biokomposit pada suhu ruangan selama 1-2 hari.

15

20

25

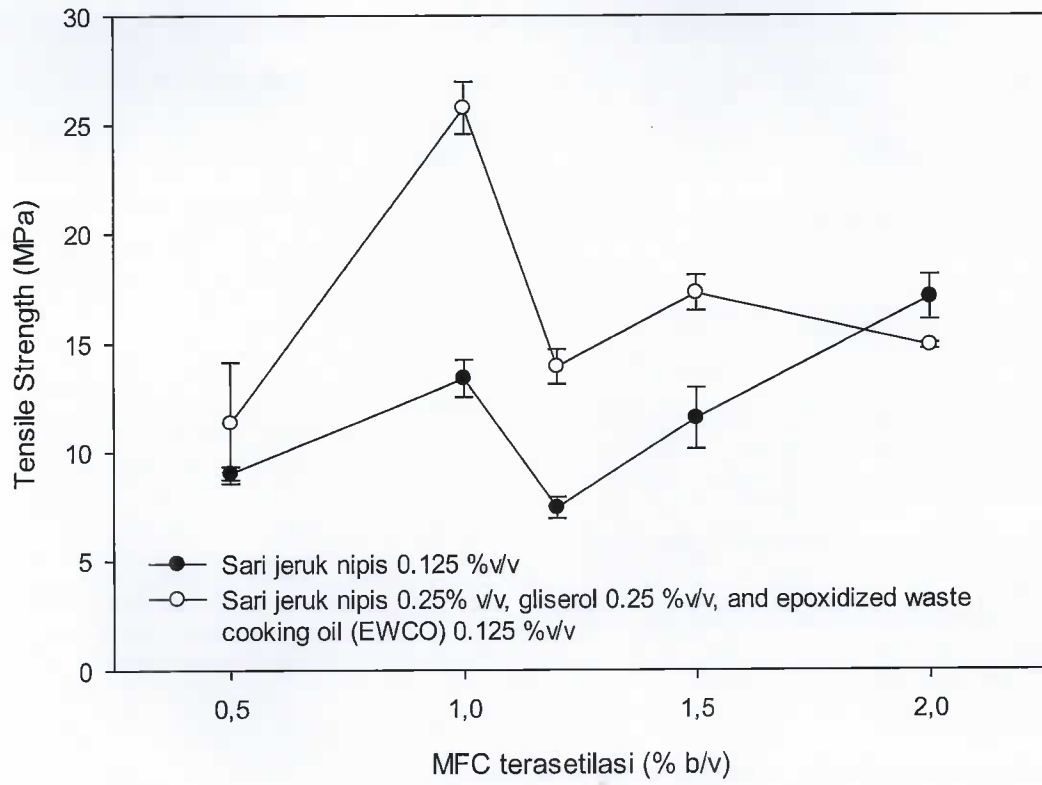
30

Abstrak

PROSES PEMBUATAN BIOKOMPOSIT BERBAHAN BAKU PATI ONGGOK TAPIOKA
BERPENGUAT SELULOSA MIKROFIBRIL BAMBU TERASETILASI DENGAN
5 MINYAK GORENG BEKAS TEREPOKSIDASI SEBAGAI PEMLASTIS DAN SARI
JERUK NIPIS SEBAGAI AGEN PENGIKAT SILANG

Invensi ini berkaitan dengan suatu proses pembuatan
biokomposit dengan bahan baku pati onggok tapioka. Lebih khusus
10 pembuatan biokomposit dari pati onggok tapioka dengan selulosa
mikrofibril bambu terasetilasi sebagai bahan penguat, minyak
goreng bekas terepoksidasi sebagai pemlastis dan bahan tambahan
sari jeruk nipis yang berfungsi sebagai agen pengikat silang.
Suatu komposisi biokomposit terdiri dari pati onggok tapioka
15 sebanyak 4% b/v, selulosa mikrofibril bambu terasetilasi
sebanyak 1% b/v, pemlastis minyak goreng bekas terepoksidasi
0,125% v/v, pemlastis gliserol 0,25% v/v, dan sari jeruk nipis
0,25% v/v. Pembuatan biokomposit pati onggok tapioka melalui
tahap preparasi selulosa mikrofibril bambu terasetilasi, tahap
20 pencampuran, tahap pemanasan dan tahap pengeringan.

D



Gambar 1.

D