



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 : METODE ASETILASI SELULOSA MIKROFIBRIL BAMBU  
DENGAN ASAM ASETAT GLASIAL DAN KATALIS NATRIUM  
HIDROKSIDA

Inventor : Dr.-Ing. Silviana, S.T., M.T.  
Agus Subagio  
Drh. Siti Susanti

Tanggal Penerimaan : 20 Maret 2018

Nomor Paten : IDS000002557

Tanggal Pemberian : 27 September 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) IDS000002557 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL  
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 27 September 2019

(51) Klasifikasi IPC<sup>8</sup> : C 08B 1/00(2006.01), C 08L 1/00(2006.01)  
// (C 08B 1:00, C 08L 1:00)

(52) No. Permohonan Paten : SID201802052

(53) Tanggal Penerimaan: 20 Maret 2018

Data Prioritas :

(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

Tanggal Pengumuman: 20 Juli 2018

Dokumen Perbandingan:

IDS000001708.  
S 2362282 A.

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

(72) Nama Inventor :  
Dr.-Ing. Silviana, S.T., M.T., ID  
Agus Subagio, ID  
Drh. Siti Susanti, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Sulhan Fathoni, S.T., M.Si.

Jumlah Klaim : 1

Invensi : METODE ASETILASI SELULOSA MIKROFIBRIL BAMBU DENGAN ASAM ASETAT GLASIAL DAN KATALIS NATRIUM HIDROKSIDA

Invensi ini berhubungan dengan metode asetilasi selulosa mikrofibril (MFC) dari bambu dengan asam asetat glasial dan katalis hidrokksida (NaOH) menghasilkan derajat substitusi sebesar 6,7 dengan menghancurkan batang bambu hingga berbentuk serbuk ukuran 150 mikrometer, kemudian mencuci serbuk bambu menggunakan air dengan temperatur 90°C. Kandungan ekstraktif arutkan menggunakan pelarut toluene dan n-heksana selama 6 jam dan dilanjutkan dengan delignifikasi menggunakan NaOH 2 pemanasan 90°C dan disaring untuk mendapatkan endapan. Melakukan bleaching pada endapan menggunakan hidrogen %volume pada temperatur 50°C selama tiga jam, lalu mengeringkan serbuk selulosa, digiling, dan diayak untuk memperoleh gam 60 mikrometer. Larutan MFC dibuat dengan mencampurkan MFC dengan air hingga konsentrasi 20 %berat. Kemudian, an NaOH 1 M ke dalam larutan hingga mencapai pH 9 dan kembali diaduk hingga 30 menit. Pencampuran larutan MFC dan glasial dilakukan secara bertahap dengan perbandingan berat MFC terhadap asam sebesar 2:1 pada temperatur 30°C dan engan tetap menjaga pH = 9 menggunakan NaOH. Reaksi asetilasi dihentikan dengan menambahkan asam klorida 0,5 M kemudian menyaring dan mencuci padatan dengan akuades. Padatan dikeringkan dan dikecilkan ukurannya hingga 60 mikro C terasetilasi memiliki keunggulan dengan derajat substitusi sebesar 6,7.





Deskripsi**METODE ASETILASI SELULOSA MIKROFIBRIL BAMBU DENGAN  
ASAM ASETAT GLASIAL DAN KATALIS NATRIUM HIDROKSIDA****5 Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan metode asetilasi selulosa mikrofibril (MFC) dari bambu dengan asam asetat glasial dan katalis natrium hidroksida untuk menghasilkan derajat substitusi sebesar 6,7.

10

**Latar Belakang Invensi**

Selulosa mikrofibril dari bambu telah banyak digunakan sebagai penguat (*toughness*) dari komposit. Hal ini dikarenakan MFC bambu memiliki sifat mekanik yang bagus. Meskipun telah banyak digunakan sebagai filler maupun penguat dalam biokomposit, selulosa ini sulit terdispersi dalam media nonpolar atau *low-polar*. Salah satu upaya yang dilakukan adalah dengan modifikasi permukaan melalui asetilasi terhadap gugus hidroksil selulosa yang polar untuk meningkatkan dispersi MFC bambu dan kompatibilitas terhadap media lain seperti PLA, bubuk kayu, *bacterial cellulose* serta mencegah agregasi selulosa (Bulota et al. 2012).

Pada invensi sebelumnya (IDS000001708), bahan kimia pada metode delignifikasi menggunakan kalium hidroksida yang memiliki ukuran diameter molekul jauh lebih kecil dibandingkan natrium hidroksida. Hal ini terlihat dari kondisi pemanasan 60°C pada larutan yang ditambah dengan kalium hidroksida. Selain itu, pada invensi tersebut ada penambahan media pendispersi KCl-NaCl untuk mengurangi waktu dispersi. Untuk itu, ada perbaikan metode isolasi selulosa mikrofibril bambu (MFC) dengan menggunakan

natrium hidroksida pada temperatur 90°C tanpa penggunaan media pendispersi.

Agen asetilasi yang umum digunakan dalam modifikasi pati maupun MFC adalah asam asetat anhidrat (Žepič dkk., 2015; Bulota dkk., 2012; Stepan dkk., 2014; Dlouhá dkk., 2014; Nandawar dkk., 2015; Ačkar dkk., 2007), asam asetat glasial (Kumoro dan Amalia, 2015; Ačkar dkk., 2015), oktenil suksinat anhidrat (Ačkar et al. 2015), campuran asam asetat glasial dan asam asetat anhidrat (Bello et al. 2016) baik menggunakan katalis asam maupun basa. Bulota (2012) telah mengasetilasi MFC komersial dengan menggunakan asam asetat anhidrat.

Adapun metode asetilasi yang telah dipatenkan lebih umum dikenakan kepada bahan pati daripada MFC itu sendiri. Paten metode asetilasi patitelah banyak dipublikasikan seperti paten US3557091 (1971) tentang metode asetilasi pati menggunakan asam asetat anhidrat dengan media basa yang mengandung hidrogen peroksida dan garam besi untuk merendahkan temperatur *swelling* tanpa degradasi pati, menghambat gelatinasi, atau mencegah kecoklatan. Paten US4238604 (1978) telah membahas metode asetilasi pati terikat silang dengan inovasi penghilangan bau. Paten US2362282A (1941) telah menginvenisi metode asetilasi pati dengan menggunakan asam asetat glasial dan asam asetat anhidrat pada pemanasan hingga 114°C selama 3 (tiga) jam. Penghilangan sisa asam asetat dilakukan dengan distilasi vakum pada tekanan 3 inHg dan residu pati asetat dikeringkan pada temperatur 130°C.

Lebih jauh lagi, telah ada pula invensi metode asetilasi selulosa kayu pada paten EP0852588B1 (1996) dengan menggunakan asam asetat anhidrat, butirat anhidrat, asetil klorida, butiril klorida, dan asam asetat berbantuan katalis asam dan basa. Adapun invensi tentang

modifikasi MFC kayu telah dipublikasikan melalui paten US6703497B1, dimana modifikasi yang telah dilakukan berupa reaksi eterifikasi menggunakan media sililasi, isosianat, alkilasi terhalogenasi, oksida alkilen, dan glisidil.

5           Substansi dari invensi ini adalah metode asetilasi MFC dari bambu menggunakan asam asetat glasial dan katalis basa natrium hidroksida. Adapun tujuan metode asetilasi ini untuk mendapatkan derajat substitusi hingga 6,7. Hal ini dikarenakan produk MFC bambu terasetilasi digunakan  
10 untuk penguat biokomposit berbahan pati sebagai media pengemasan. Metode ini dilakukan dengan urutan preparasi MFC bambu, reaksi asetilasi, dan pemurnian MFC bambu terasetilasi.

#### 15 **Ringkasan Invensi**

          Invensi ini bertujuan untuk mendapatkan metode asetilasi MFC bambu menggunakan asam asetat glasial pada kondisi tekanan atmosferik dengan derajat substitusi 6,7. Aspek lain berupa pemanfaatan selulosa bambu sebagai  
20 penguat biokomposit.

          Metode asetilasi MFC bambu mengacu pada referensi metode asetilasi tepung gadung menggunakan asam asetat glasial dengan katalis natrium hidroksida (Kumoro dan Amalia, 2015). Adapun metode asetilasi MFC bambu yang  
25 diawali dengan menghancurkan batang bambu hingga berbentuk serbuk dengan ukuran 150 mikrometer, kemudian mencuci serbuk bambu menggunakan air dengan temperatur 90°C. Kandungan ekstraktif dari batang bambu dilarutkan menggunakan pelarut toluene dan n-heksana selama 6 jam dan  
30 dilanjutkan dengan delignifikasi menggunakan NaOH 2 N dengan pemanasan 90°C dan disaring. Melakukan *bleaching* menggunakan larutan hidrogen peroksida 4 %volume pada temperatur 50°C selama tiga jam, lalu mengeringkan serbuk

selulosa dan dihomogenisasi selama 30 menit, dan diayak untuk memperoleh ukuran seragam pada 60 mikrometer. Larutan MFC dibuat dengan mencampurkan MFC dengan air hingga konsentrasi 20 %berat. Kemudian, mencampurkan natrium hidroksida 1 M ke dalam larutan hingga mencapai pH 9 dan kembali diaduk hingga 30 menit. Pencampuran larutan MFC dan asam asetat glasial dilakukan secara bertahap dengan perbandingan berat MFC terhadap asam sebesar 2:1 pada temperatur 30°C dengan pengadukan selama 10 menit dengan tetap menjaga pH pada nilai 9 menggunakan natrium hidroksida. Reaksi asetilasi dihentikan dengan menambahkan asam klorida 0,5 M hingga pH 5,5, kemudian menyaring dan mencuci padatan dengan akuades. Hasil padatan MFC terasetilasi dikeringkan dan dikecilkan ukurannya hingga 60 mikrometer.

#### **Uraian Lengkap Invensi**

Invensi ini merupakan metode asetilasi MFC bambu menggunakan asam asetat glasial dengan katalis natrium hidroksida. MFC bambu merupakan selulosa bambu yang didisintegrasi hingga memiliki ukuran mikron. Bambu memiliki kandungan selulosa relatif tinggi sehingga potensial dikembangkan sebagai sumber selulosa atau fiber. Fiber bambu telah banyak dimanfaatkan sebagai penguat matrik biokomposit, sebagai filler komposit PVC (Bahari dan Krause 2015), penguat nanokomposit pati-polivinilasetat (Guimarães et al. 2015), penguat poli asam laktat (Okubo et al. 2009) dan penguat komposit pati (Liu et al. 2010).

Meskipun MFC bambu memiliki kelebihan ekologi maupun kelebihan sifat mekanik, namun terdapat kendala untuk terdispersi dengan bahan atau matrik komposit

nonpolar atau sedikit polar. Untuk itu, perlu dilakukan modifikasi permukaan melalui reaksi asetilasi. Reaksi asetilasi melibatkan gugus hidroksil MFC bambu yang akan teresterifikasi. Indikator keberhasilan asetilasi ini dapat ditunjukkan dengan nilai derajat substitusi sebesar 6,7.

Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap asetilasi di antaranya temperatur, pH, waktu, dan rasio antara asam asetat glasial dengan MFC bambu. Pada metode asetilasi MFC bambu ini menggunakan kondisi optimum yang diperoleh pada temperatur 30°C, pH 9, rasio 2:1 (asam asetat glasial dan MFC), selama 10 menit berlangsungnya. Dari kondisi optimum ini diperoleh derajat substitusi sebesar 6,7.



**Klaim**

1. Metode asetilasi selulosa mikrofibril bambu dengan asam asetat glasial dan katalis natrium hidroksida yang menghasilkan MFC terasetilasi dengan derajat substitusi 5 6,7 terdiri dari:
  - a. menghancurkan batang bambu hingga berbentuk serbuk dengan ukuran 150 mikrometer;
  - b. mencuci serbuk bambu menggunakan air dengan temperatur 90°C;
  - 10 c. melarutkan kandungan ekstraktif dari serbuk bambu menggunakan pelarut toluene dan n-heksana selama 6 jam;
  - d. delignifikasi produk c menggunakan NaOH 2 N dengan pemanasan 90°C dan disaring untuk mendapatkan endapan;
  - 15 e. melakukan *bleaching* terhadap endapan produk d menggunakan larutan hidrogen peroksida 4 %volume pada temperatur 50°C selama tiga jam;
  - f. menyaring untuk mendapatkan endapan berupa serbuk selulosa.
  - 20 g. mengeringkan serbuk selulosa dan digiling;
  - h. melakukan pengayakan untuk memperoleh ukuran seragam pada 60 mikrometer yang disebut dengan selulosa mikrofibril (MFC) bambu;
  - i. melarutkan MFC bambu dengan air untuk mendapatkan 25 larutan MFC konsentrasi 20 %berat;
  - j. mencampurkan natrium hidroksida 1 M ke dalam larutan MFC 20 %berat hingga mencapai pH 9 dan kembali diaduk;
  - k. mencampurkan larutan MFC dan asam asetat glasial secara bertahap dengan perbandingan berat MFC 30 terhadap asam sebesar 2:1 pada temperatur 30°C dengan pengadukan selama 10 menit dengan tetap menjaga pH pada nilai 9 menggunakan natrium hidroksida;



- l. menghentikan reaksi asetilasi dengan menambahkan asam HCl 0,5 M hingga pH 5,5;
  - m. menyaring dan mencuci padatan dengan air suling;
  - n. mengeringkan padatan MFC bambu yang terasetilasi dan mengecilkan ukurannya hingga 60 mikrometer.
- 5

Abstrak**METODE ASETILASI SELULOSA MIKROFIBRIL BAMBU DENGAN ASAM ASETAT GLASIAL DAN KATALIS NATRIUM HIDROKSIDA**

5           Invensi ini berhubungan dengan metode asetilasi  
selulosa mikrofibril (MFC) dari bambu dengan asam asetat  
glasial dan katalis natrium hidroksida (NaOH) menghasilkan  
derajat substitusi sebesar 6,7 dengan menghancurkan batang  
bambu hingga berbentuk serbuk dengan ukuran 150  
10 mikrometer, kemudian mencuci serbuk bambu menggunakan air  
dengan temperatur 90°C. Kandungan ekstraktif bambu  
dilarutkan menggunakan pelarut toluene dan n-heksana  
selama 6 jam dan dilanjutkan dengan delignifikasi  
menggunakan NaOH 2 N dengan pemanasan 90°C dan disaring  
15 untuk mendapatkan endapan. Melakukan *bleaching* pada  
endapan menggunakan hidrogen peroksida 4 %volume pada  
temperatur 50°C selama tiga jam, lalu mengeringkan serbuk  
selulosa, digiling, dan diayak untuk memperoleh ukuran  
seragam 60 mikrometer. Larutan MFC dibuat dengan  
20 mencampurkan MFC dengan air hingga konsentrasi 20 %berat.  
Kemudian, mencampurkan NaOH 1 M ke dalam larutan hingga  
mencapai pH 9 dan kembali diaduk hingga 30 menit.  
Pencampuran larutan MFC dan asam asetat glasial dilakukan  
secara bertahap dengan perbandingan berat MFC terhadap  
25 asam sebesar 2:1 pada temperatur 30°C dan pengadukan dengan  
tetap menjaga pH = 9 menggunakan NaOH. Reaksi asetilasi  
dihentikan dengan menambahkan asam klorida 0,5 M hingga pH  
5,5, kemudian menyaring dan mencuci padatan dengan  
akuades. Padatan dikeringkan dan dikecilkan ukurannya  
30 hingga 60 mikrometer. MFC terasetilasi memiliki keunggulan  
dengan derajat substitusi sebesar 6,7.