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 KAPPA KARAGENAN BERAT MOLEKUL RENDAH MELALUI REAKSI OZONASI
Inventor	: Aji Prasetyaningrum ST., MSi Ratnawati,Ir., MT., Dr Bakti Jos, Prof., Dr. Ir., DEA
Tanggal Penerimaan	: 04 Oktober 2016
Nomor Paten	: IDS000001760
Tanggal Pemberian	: 15 Februari 2018

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

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(11) IDS000001760 B

(45) 15 Februari 2018

(51) Klasifikasi IPC[8] : C 08J 3/00, A 61K 31/731

(21) No. Permohonan Paten : S00201606706

(22) Tanggal Penerimaan: 04 Oktober 2016

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

(43) Tanggal Pengumuman: 20 Januari 2017

(56) Dokumen Pembanding:
- Ulfah, Marya. 2009, Pemanfaatan Iota Karaginan dan Kappa Karaginan Sebagai Sumber Serat Untuk Meningkatkan Kekenyalan Mie Kering. Institut Pertanian Bogor.
- WO2010055250A1

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

(72) Nama Inventor :
Aji Prasetyaningrum ST., MSi, ID
Ratnawati,Ir., MT., Dr, ID
Bakti Jos, Prof., Dr. Ir., DEA, ID

Pemeriksa Paten : Dra. Ita Yukimartati, M.Si.

Jumlah Klaim : 1

Judul Invensi : PROSES PEMBUATAN KAPPA KARAGENAN BERAT MOLEKUL RENDAH MELALUI REAKSI OZONASI

Abstrak :

Proses pembuatan K-karagenan berat molekul rendah melalui reaksi ozonasi dilakukan dengan cara memberikan gas ozon dengan laju alir 3 Liter/menit, dan konsentrasi gas ozon 80 ppm. Gas ozon dihasilkan dari pembangkit ozon jenis lucutan korona dengan tegangan 40 Kv. Larutan K-Karagenan dalam akuades dengan konsentrasi 0,1% (berat /volume) diozonasi pada temperatur 29°C selama waktu 0 sampai 20 menit, pH 3, 1 dan 10. Proses depolimerisasi ini dapat mengasilkan senyawa karagenan berat molekul rendah dengan berat molekul terendah 17,62 kDa. Senyawa karagenan berat molekul rendah yang dihasilkan memiliki gugus fungsi sama dengan senyawa K-karagenan.

Deskripsi

PROSES PEMBUATAN KAPPA KARAGENAN BERAT MOLEKUL RENDAH MELALUI REAKSI OZONASI

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses depolimerisasi karagenan. Lebih khusus lagi proses depolimerisasi karagenan tersebut adalah proses pembuatan karagenan dengan berat molekul rendah melalui reaksi oksidasi dengan ozon.

Latar Belakang Invensi

Sampai saat ini penggunaan karagenan sebagian besar adalah sebagai emulsifier, stabilizer, pengental dan bahan aditif pangan karena berat molekulnya tinggi. Pemanfaatan yang lebih luas dapat dilakukan melalui depolimerisasi yang akan mengubah karagenan berat molekul tinggi (KBMT) menjadi karagenan berat molekul rendah (KBMR). Wijesekara *et al.* dalam *Carbohydrate Polymers* volume 84 issue 1 tahun 2011 menyatakan bahwa KBMR dapat masuk ke dalam sel lebih efisien dan efektif dengan dibandingkan KBMT. Hal ini akan meningkatkan bioavailabilitas dan memperluas potensial aplikasi karagenan dalam bidang farmasi dan biomedis. Muatan negatif dari KBMR memberikan efek inhibitor dengan cara berinteraksi dengan muatan positif dari virus atau permukaan sel dan selanjutnya mencegah penetrasi virus ke dalam sel, sebagaimana dinyatakan oleh Gonzalez *et al.* dalam *Antimicrobial Agent and Chemotherapy* volume 31 issue 9 tahun 1987. Stephanie *et al.* dalam *Carbohydrate Polymers* volume 81 tahun 2010 melaporkan hasil penelitian

tentang peranan KBMR dari rumput laut jenis *Gracilaria birdie* sebagai antioksidan menunjukkan bahwa aktivitas biologi KBMR memperlihatkan pengaruh positif sebagai antioksidan dengan cara menghambat pembentukan radikal bebas.

Ada beberapa metode untuk depolimerisasi karagenan, yaitu melalui proses hidrolisis secara kimiawi maupun enzimatik, kombinasi reaksi hidrolisis dan reduksi, depolimerisasi secara fisik dengan teknik gelombang mikro, ultrasonik, dan depolimerisasi dengan radikal bebas H_2O_2. Proses depolimerisasi κ-karagenan secara kimiawi (hidrolisis asam) menghasilkan KBMR (<20 kDa) dengan cepat (<6 jam), dan rendemen tinggi (>80%). Meskipun demikian, proses kimiawi memiliki beberapa kelemahan, yaitu residunya mencemari lingkungan, membutuhkan reaktor yang kompleks, dan ukuran berat molekulnya sulit dikontrol. Sementara itu, Mou *et al.* dalam *Journal of Applied Phycology* volume 15 issue 4 tahun 2003 menyatakan bahwa depolimerisasi dengan hidrolisis enzimatik membutuhkan enzim *carragenase* yang mahal dan sulit untuk dikembangkan pada iklim tropis.

Invensi pada paten nomor WO201350300A2 adalah depolimerisasi senyawa polisakarida, termasuk karagenan, melalui proses iradiasi dengan sinar UV-Vis dengan adanya radikal foto inisiator yang berupa derivat dari benzoin. KBMR hasil depolimerisasi memiliki berat molekul 5-500 kDa. Kelemahan dari invensi ini adalah adanya sisa dari senyawa inisiator yang masih bercampur dengan produk KBMR.

Invensi pada paten nomor US20100173779 adalah tentang depolimerisasi senyawa karagenan melalui proses hidrolisis dengan cara menambahkan larutan asam klorida 4N ke dalam larutan karagenan dengan perbandingan 10

mg/mL larutan karagenan. Reaksi hidrolisis dapat berlangsung cepat dan memerlukan penambahan larutan NaOH untuk menghentikannya. Senyawa KBMR yang dihasilkan memiliki berat molekul sekitar 8,5 kDa. Kelemahan dari invensi ini adalah adanya senyawa NaCl dalam produk KBMR yang memerlukan pemurnian lebih lanjut.

Invensi pada paten nomor WO2010055250A1 adalah tentang depolimerisasi senyawa karagenan melalui proses hidrolisis berbantu gelombang ultrasonik. Gelombang ultrasonik yang digunakan dalam invensi tersebut adalah 20 kHz. Namun demikian, invensi ini tidak menyebutkan berat molekul dari KBMR yang dihasilkan dan ada tidaknya perubahan gugus fungsi.

Kelebihan invensi ini daripada invensi-invensi yang sudah ada sebelumnya adalah, metode depolimerisasi dengan reaksi ozonasi ini tidak menggunakan bahan aditif, sehingga hasil depolimerisasi tidak tercemar oleh bahan lain. Disamping itu, KBMR hasil depolimerisasi memiliki gugus fungsi yang sama dengan senyawa κ-karagenan mula-mula. Aplikasi teknologi ozon memberikan keuntungan, antara lain ozon tidak meninggalkan residu, dapat diproduksi secara langsung, dan direkomendasikan aman digunakan oleh *Food and Drug Administration* (FDA). Invensi ini memberikan kontribusi pada pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi tentang aplikasi teknologi "*green technology*" ozonasi pada pembuatan karagenan berat molekul rendah.

Ringkasan Invensi

Invensi ini pada prinsipnya adalah suatu proses untuk memecah molekul κ-karagenan melalui proses oksidasi

dengan reaksi ozonasi. Invensi ini menggunakan κ-karagenan hasil ekstrak alga merah jenis *Kappaphycus alvarezii* dalam bentuk *refined carrageenan* (RC). Bubuk κ-karagenan dilarutkan pada temperatur 80°C dengan konsentrasi larutan 0,1% berat/volume dan dilakukan pengadukan selama 15 menit. Larutan κ-karagenan tersebut dimasukan reaktor ozonasi yang dilengkapi dengan alat pengaduk, kontrol temperatur dan kontrol pH. Gas ozon dihasilkan dari pembangkit ozon arus searah, tegangan 40 KV dan frekwensi 3,7 kHz.

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini berkaitan dengan proses depolimerisasi κ-karagenan melalui proses oksidasi dengan reaksi ozonasi. Depolimerisasi ini akan menghasilkan KBMR. Proses depolimerisasi dimulai dengan melarutkan bubuk κ-karagenan dalam akuades dengan konsentrasi 0,1% berat/volume pada temperatur 80°C dan diaduk selama 15 menit. Larutan karagenan tersebut dimasukkan ke reaktor ozonasi yang dilengkapi dengan alat pengaduk, kontrol temperatur, dan kontrol pH. Peralatan pembangkit ozon yang digunakan adalah pembangkit ozon jenis lucutan korona yang dihasilkan dari sumber tegangan tinggi 40 KV. Gas ozon dikeluarkan melalui lubang sparger yang terletak di dasar reaktor dengan diameter lubang sparger 0,3 mm. Reaksi ozonasi dilakukan pada suhu 29±0,1^{0}C dan tekanan 1 atm. Laju alir gas ozon diatur pada kondisi 3 Liter/menit. pH reaksi selama ozonasi diatur pada kondisi pH 3, 7 dan 10. Untuk menghilangkan kesalahan eksperimental yang disebabkan oleh perpindahan massa ozon dalam larutan κ-karagenan yang tidak merata dan dan

terjadinya buih selama proses ozonasi, maka selama reaksi reaktor ditutup dan pengeluaran gas ozon melalui lubang kecil pada bagian atas reaktor. Selanjutnya reaksi dijalankan dalam waktu hingga 20 menit. Setiap 5 menit sample diuji untuk mengetahui perubahan viskositas dan berat molekul κ-karagenan. Viskositas larutan diukur dengan viscometer *Ubbelohde*.

Viskositas adalah ukuran resistensi zat cair untuk mengalir. Makin besar resistensi suatu zat cair untuk mengalir semakin besar pula viskositasnya. Korelasi viskositas intrinsik dengan berat molekul dapat digunakan untuk menentukan ukuran berat molekul produk sesudah proses depolimerisasi.

Metode FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk studi analisis gugus fungsi karagenan. Analisis dilakukan dengan menambahkan garam KBr dengan perbandingan 1:10 dan diaduk. Sampel dimasukkan dalam sel FT-IR dan selanjutnya diukur karakterisasinya untuk S=O dari estersulfat pada panjang gelombang 1240 cm^{-1}; C-O dari 3,6-anhidro-d-galaktosa pada panjang gelombang 930-940 cm^{-1}; C-O-S dari aksial sulfat sekunder pada 845 cm^{-1}.

Hasil analisis data menunjukkan bahwa nilai viskositas spesifik larutan karagenan menurun dengan bertambahnya waktu dan penurunan pH sebagaimana disajikan pada Tabel 1. Jika data viskositas dikonversi menjadi berat molekul rata-rata maka akan diperoleh hasil yang sama, yaitu bahwa berat molekul karagenan menurun dengan bertambahnya waktu dan pH awal reaksi, sebagaimana disajikan pada Tabel 2.

Pengujian spektrometri FT-IR dapat memberikan informasi gugus fungsi polisakarida. κ-karagenan standar dari Sigma Aldrich (katalog 2048) memberikan hasil uji gugus ester sulfat pada 1210-1260 cm^{-1}, ikatan glikosida

1010-1080 cm^{-1}, 3,6 anhidro D-galaktosa 928-933 cm^{-1}, dan ikatan D4S 840-850 cm^{-1}.

Tabel 1. Viskositas larutan karagenan berat molekul rendah hasil reaksi hidrolisis

Waktu	Viskositas (Cp)		
	pH 3	pH 7	pH 10
0	45,13±0,12	45,13±0,12	45,13±0,12
5	34,70±0,26	32,73±0,41	26,63±0,32
10	31,87±0,38	28,53±0,32	18,53±0,15
15	28,73±0,15	25,17±0,25	12,73±0,21
20	28,23±0,31	24,83±0,30	11,17±0,23

Tabel 2. Berat molekul rata-rata KARAGENAN BERAT MOLEKUL RENDAH hasil reaksi ozonasi

Waktu	Berat molekul rata-rata(kDa)		
	pH 3	pH 7	pH 10
0	271,57	271,57	271,57
5	99,37	116,94	233,37
10	38,04	87,83	164,99
15	22,57	76,44	111,05
20	17,62	65,21	93,58

Untuk κ-karagenan yang digunakan dalam invensi ini yang merupakan *refined carrageenan* (RC) hasil ekstrak *Kappaphycus alvarezii* perairan Karimunjawa Jepara Jawa Tengah memberikan hasil uji gugus ester sulfat pada 1257,59 cm^{-1}, ikatan glikosida 1049,28-1076,28 cm^{-1}, 3,6

anhidro D galaktosa 929,69 cm^{-1}, dan ikatan D4S 848,68 cm^{-1}. Sementara itu sampel yang diberi perlakuan ozonasi memberikan hasil uji gugus ester sulfat pada 1255,71 cm^{-1}, ikatan glikosida 1050,21-1075,42 cm^{-1}, 3,6 anhidro D galaktosa 929,12 cm^{-1}, dan ikatan D4S 848,68 cm^{-1}. Semua itu dapat dilihat pada Tabel 3.

Hasil analisis menunjukkan tidak ada perubahan signifikan terhadap gugus fungsi karagenan berat molekul rendah hasil proses depolimerisasi dengan ozon. Proses depolimerisasi ini dapat menghasilkan senyawa karagenan berat molekul rendah dengan berat molekul terendah 17,62 kDa, pada kondisi operasi waktu ozonasi 20 menit dan pH 3.

Tabel 3. Hasil uji FT-IR

Sampel	**Ester sulfat**	**Ikatan glikosida**	**3,6 anhidro D galaktosa**	**Ikatan D4S**
Standar*)	1210-1260	1010-1080	928-933	840-850
RC	1257,59	1049,28-1076,28	929,69	848,68
Karagenan berat molekul rendah	1255,71	1050,21-1075,42	929,12	848,68

*) Diambil dari Rochmadi *et al.*(2011)

Klaim

1. Suatu metode depolimerisasi senyawa κ-karagenan melalui reaksi oksidasi dengan ozon, dengan langkah-langkah sebagai berikut:
   a. Membuat larutan κ-karagenan dalam akuades dengan konsentrasi 0,1% b/v;
   b. Memanaskan larutan κ-karagenan pada suhu 80 °C sehingga larut sempurna;
   c. Mendinginkan larutan κ-karagenan sampai suhu 29±0,1 °C;
   d. Mengkondisikan pH larutan κ-karagenan pada pH 3, 7 dan 10;
   e. Memasukkan larutan κ-karagenan ke dalam reaktor ozonasi;
   f. Mengatur alat pembangkit ozon pada tegangan 40 KV dan laju alir gas ozon pada kondisi 3 Liter/menit;
   g. Mengatur waktu reaksi ozonasi selama 5, 10, 15 dan 20 menit.

Abstrak

PROSES PEMBUATAN KAPPA KARAGENAN BERAT MOLEKUL RENDAH MELALUI REAKSI OZONASI

Proses pembuatan κ-karagenan berat molekul rendah melalui reaksi ozonasi dilakukan dengan cara memberikan gas ozon dengan laju alir 3 Liter/menit, dan konsentrasi gas ozon 80 ppm. Gas ozon dihasilkan dari pembangkit ozon jenis lucutan korona dengan tegangan 40 Kv. Larutan κ-karagenan dalam akuades dengan konsentrasi 0,1% (berat/volume) diozonasi pada temperatur 29±0,1 °C selama waktu 0 sampai 20 menit, pH 3, 7 dan 10. Proses depolimerisasi ini dapat menghasilkan senyawa karagenan berat molekul rendah dengan berat molekul terendah 17,62 kDa. Senyawa karagenan berat molekul rendah yang dihasilkan memiliki gugus fungsi sama dengan senyawa κ-karagenan.

KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA RI
DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL
DIREKTORAT PATEN
Jln. H.R. Rasuna Said, Kav. 8-9 Kuningan Jakarta Selatan 12940
Phone/Facs. (6221) 57905611; Website: www.dgip.go.id

INFORMASI BIAYA TAHUNAN

Nomor Paten	: IDS000001760	Tanggal diberi	: 15/02/2018	Jumlah Klaim	: 1
Nomor Permohonan	: S00201606706	IPAS Filing Date	: 04/10/2016		
		Entitlement Date	: 04/10/2016		

Berdasarkan Undang-undang No. 13 Tahun 2016 tentang Paten, dan Peraturan Pemerintah Nomor 45 tahun 2014 tentang Jenis dan Tarif Atas Jenis Penerimaan negara Bukan Pajak Yang Berlaku Pada Kementerian Hukum dan Hak Asasi Manusia, biaya tahunan yang harus dibayarkan adalah sebagaimana dalam tabel di bawah.

Biaya Tahunan Ke-	Periode Perlindungan	Batas Akhir Pembayaran	Biaya Dasar	Jml Klaim	Biaya Klaim	Total	Terlambat (Bulan)	Total Denda	Jumlah Pembayaran
1	04/10/2016-03/10/2017	14/08/2018	0	1	0	0	0	0	0
2	04/10/2017-03/10/2018	14/08/2018	0	1	0	0	0	0	0
3	04/10/2018-03/10/2019	14/08/2018	0	1	0	0	0	0	0
4	04/10/2019-03/10/2020	05/09/2019	0	1	0	0	0	0	0
5	04/10/2020-03/10/2021	05/09/2020	0	1	0	0	0	0	0
6	04/10/2021-03/10/2022	05/09/2021	165.000	1	5.000	170.000	0	0	170.000
7	04/10/2022-03/10/2023	05/09/2022	220.000	1	5.000	225.000	0	0	225.000
8	04/10/2023-03/10/2024	05/09/2023	275.000	1	5.000	280.000	0	0	280.000
9	04/10/2024-03/10/2025	05/09/2024	330.000	1	5.000	335.000	0	0	335.000
10	04/10/2025-03/10/2026	05/09/2025	385.000	1	5.000	390.000	0	0	390.000

Biaya yang harus dibayarkan untuk pertama kali hingga tanggal 12/04/2018 (tahun ke-1 s.d 3) adalah sebesar 0

- Pembayaran biaya tahunan untuk pertama kali wajib dilakukan paling lambat 6 (enam) bulan terhitung sejak tanggal diberi paten
- Pembayaran biaya tahunan untuk pertama kali meliputi biaya tahunan untuk tahun pertama sejak tanggal penerimaan sampai dengan tahun diberi Paten ditambah biaya tahunan satu tahun berikutnya.
- Pembayaran biaya tahunan selanjutnya dilakukan paling lambat 1 (satu) bulan sebelum tanggal yang sama dengan Tanggal Penerimaan pada periode pelindungan tahun berikutnya.
- Penundaan pembayaran biaya tahunan dapat dilakukan dengan mengajukan surat permohonan untuk menggunakan mekanisme masa tenggang, diajukan paling lama 7 hari kerja sebelum tanggal jatuh tempo pembayaran biaya tahunan
- Dalam hal biaya tahunan belum dibayarkan sampai dengan jangka waktu yang ditentukan, Paten dinyatakan dihapus