



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

: LPPM UNIVERSITAS LAMPUNG
FAKULTAS PERTANIAN
Jalan Sumantri Brojonegoro No.1,
Gedong Meneng, Rajabasa, Bandar Lampung
INDONESIA

Untuk Inovasi dengan
Judul

: PROSES PRODUKSI METIL ESTER SULFONAT DARI METIL
ESTER CPO PARIT

Inventor

: Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P.

Tanggal Penerimaan

: 10 September 2018

Nomor Paten

: IDS000002162

Tanggal Pemberian

: 12 Maret 2019

Perlindungan Paten Sederhana untuk inovasi 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 inovasi 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) IDS000002162 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 12 Maret 2019

(51) Klasifikasi IPC⁸ : C 07C 303/00(2006.01), C 11D 1/28(2006.01)
// (C 07C 303:00, C 11D 1:28)

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
LPPM UNIVERSITAS LAMPUNG
FAKULTAS PERTANIAN
Jalan Sumantri Brojonegoro No.1,
Gedong Meneng, Rajabasa, Bandar Lampung
INDONESIA

(21) No. Permohonan Paten : SID201807024

(22) Tanggal Penerimaan: 10 September 2018

(72) Nama Inventor :
Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P., ID

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

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Tanggal Pengumuman: 30 November 2018

Pemeriksa Paten : Dwi Jatmiko Cahyono, S.T.

Dokumen Pembanding:
CN102503866A
US4545939A
WO2016053080A1
CN101759612A

Jumlah Klaim : 1

Judul Invensi : PROSES PRODUKSI METIL ESTER SULFONAT DARI METIL ESTER CPO PARIT

Abstrak :

Proses pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) melalui beberapa tahap persiapan bahan baku dari CPO parit dengan cara imming, pembuatan metil ester CPO parit dengan cara transesterifikasi dan proses pembuatan metil ester sulfonat yang meliputi sulfonasi dengan menggunakan reaktan H₂SO₄, pemurnian, dan penetralan. Tahap sulfonasi: metil ester yang diperoleh bahkan larutan asam sulfat dengan konsentrasi 50% dan nisbah reaktan yaitu 1:1,4, diaduk selama 75 menit. Dan dimurnikan dengan penambahan metanol sebanyak 40% pada suhu 50-55°C dan pemucatan dilakukan dengan penambahan H₂O₂ sebanyak 11% dari total asar selama 30 menit. Kemudian dilakukan proses netralisasi menggunakan larutan NaOH 45% sampai pH netral dan dipanaskan suhu 55-60°C selama 30 menit.

Invensi ini menghasilkan metil ester sulfonat dengan karakteristik nilai rata-rata tegangan permukaan 34,97 dyne/cm, kestabilan 7,33 menit, bilangan asam 0,45 mg KOH/g, berat jenis 1,213 g/ml dan rendemen 78,57%.



DeskripsiPROSES PRODUKSI METIL ESTER SULFONAT
DARI METIL ESTER CPO PARIT

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan suatu proses pembuatan metil ester sulfonat dari metil ester CPO parit. Lebih khusus lagi proses pembuatan MES tersebut dibuat dari CPO parit yang merupakan limbah cair industri pengolahan minyak sawit dengan menggunakan reaktan H_2SO_4 .

15 Latar Belakang Invensi

Salah satu minyak nabati yang potensial dan belum dimanfaatkan untuk bahan baku pembuatan surfaktan yakni metil ester adalah CPO parit. CPO parit adalah limbah hasil pengolahan minyak sawit yang biasanya dialirkan melalui parit atau selokan pengolahan limbah (Sugiyono, 2010; Suarna, 2010). Pada tahun 2005 Indonesia memiliki 360 pabrik CPO dengan produksi sebesar 11,6 juta ton dengan limbah cair (CPO parit) sebanyak 0,355 juta ton. CPO parit memiliki kadar FFA antara 40 sampai 70%. Komponen utama CPO parit terdiri dari 95-96% air, 0,6-0,7% minyak dan 4-5% berbagai macam padatan (Nugroho *et al.*, 1997). Perkiraan jika limbah tersebut diolah menjadi MES akan menghasilkan 7,093 juta liter MES pertahun sehingga diharapkan Indonesia tidak lagi mengimpor surfaktan anionik untuk kepentingan industrinya. Komposisi CPO parit dengan CPO sawit.

Metil Ester Sulfonat (MES) merupakan salah satu surfaktan anionik yang yang dibuat dari minyak nabati maupun hewani dan berfungsi sebagai bahan aktif penurun tegangan permukaan yang

banyak dimanfaatkan dalam berbagai macam industri seperti industri makanan, minuman, sabun, deterjen, kosmetika dan industri perminyakan. Jenis surfaktan yang banyak digunakan untuk industri perminyakan adalah surfaktan berbasis petroleum. Kelemahan surfaktan berbasis petroleum adalah bahan baku yang bersifat tidak dapat diperbaharui, harga mahal, tidak tahan pada kesadahan yang tinggi dan sulit didegradasi oleh mikroba sehingga tidak ramah lingkungan.

Keunggulan yang dimiliki surfaktan MES dibandingkan surfaktan berbasis petroleum yaitu dapat dibuat dari minyak nabati yang bersifat renewable, murah, lebih ramah lingkungan, secara alami mudah didegradasi dan memiliki sifat deterjensi yang baik walaupun digunakan pada air dengan tingkat kesadahan dan salinitas yang cukup tinggi. Proses sulfonasi dapat dilakukan dengan mereaksikan asam sulfat, sulfit, NaHSO_3 , atau gas SO_3 dengan ester asam lemak (Bernardini, 1983; Watkins 2001).

Invensi tentang metil ester sulfonat sebelumnya dilakukan oleh Hambali *et al.* (2009) dengan mengembangkan *Single tube falling film sulfonation reactor* (STFR) kapasitas 250 kg/hari dengan sistem kontinyu, yang berupa pipa tunggal dengan tinggi 6 meter dan diameter 25 mm dengan bahan baku olein dari sawit dengan menggunakan gas SO_3 , Hovda, 1996 dengan nomor U.S. Patent No. 5,587,500 (1996) menggunakan gas SO_3 . Brooks, B., Jessup, W., MacArthur, B.W., U.S. Patent Pending Serial No. 09/032,303 (filed 1998) dengan menggunakan reaktan gas SO_3 .

Proses sulfonasi dengan gas SO_3 menghasilkan produk dengan kualitas yang tinggi, namun kelemahannya yaitu proses ini bersifat kontinyu dan paling sesuai untuk volume produksi yang besar, membutuhkan peralatan yang mahal dengan tingkat ketepatan yang tinggi, dan mensyaratkan personel pengoperasian yang memiliki skill tinggi (*highly trained*), selain itu memiliki sifat yang sangat reaktif sehingga diperlukan kontrol yang sangat ketat agar tidak terbentuk produk intermediat dan



warna yang dihasilkan berwarna hitam sehingga memerlukan proses pemucatan. Pembuatan MES dengan menggunakan reaktan oleum telah dilakukan oleh Mansur dkk. (2007) dari stearin.

Invensi proses produksi MES dengan bahan baku minyak inti sawit telah dilakukan oleh Hidayati (2006), CPO sawit (Hidayati et al, 2008) dan minyak jarak (Hidayati et al, 2009), Edison dkk. (2009), Helianty dan Zulfansyah (2011).

Hal yang menjadi permasalahan pada penggunaan NaHSO_3 adalah waktu yang diperlukan untuk reaksi relatif lama yaitu mencapai 4-6 jam dan suhu yang digunakan lebih tinggi yaitu lebih dari 100°C dan adanya residu atau limbah padat yang berupa garam sisa reaksi sehingga perlu alternatif penggunaan reaktan yang lebih reaktif seperti H_2SO_4 pada proses sulfonasi. Dimana keunggulannya adalah reaktan berharga murah dan mudah diaplikasikan pada skala produksi kecil dan dapat digunakan secara batch proses. Asam sulfat merupakan salah satu agen pensulfonasi yang sangat reaktif sehingga perlu pengaturan konsentrasi dan lama reaksi yang tepat untuk menghasilkan MES yang memiliki karakteristik yang baik. Invensi pembuatan MES dengan pereaksi H_2SO_4 , telah dilakukan oleh Rivai (2004), Putra (2006) dan Abdu (2006) menunjukkan bahwa proses pembuatan MES berbasis minyak inti sawit (PKO) dengan menggunakan reaktan H_2SO_4 80% dan lama reaksi 90 menit mampu menurunkan tegangan permukaan hingga 37,93%, nilai tegangan antar muka (IFT) sebesar $2,6 \times 10^{-1}$ dyne/cm dengan stabilitas emulsi sebesar 62,50%.

Dari invensi diketahui bahwa CPO parit dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan MES dengan karakteristik Hasil pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) berbahan baku metil ester dari CPO parit menunjukkan bahwa penggunaan H_2SO_4 terbaik terhadap karakteristik MES dari CPO parit yang dihasilkan adalah penggunaan H_2SO_4 50%. Karakteristik MES terbaik yang dihasilkan memperlihatkan nilai rata-rata tegangan permukaan

34,97 dyne/cm, kestabilan emulsi 87,33 menit, bilangan asam 0,45 mg KOH/g, berat jenis 1,213 g/ml dan rendemen 78,57%.

Ringkasan Invensi

5

Hasil pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) berbahan baku metil ester dari CPO parit menunjukkan bahwa penggunaan H₂SO₄ terbaik terhadap karakteristik MES dari CPO parit yang dihasilkan adalah penggunaan H₂SO₄ 50%. Karakteristik MES terbaik yang dihasilkan memperlihatkan nilai rata-rata tegangan permukaan 34,97 dyne/cm, kestabilan emulsi 87,33 menit, bilangan asam 0,45 mg KOH/g, berat jenis 1,213 g/ml dan rendemen 78,57%.

Proses pembuatan MES melalui beberapa tahap persiapan bahan baku dari CPO parit dengan cara degumming, pembuatan metil ester CPO parit dengan cara transesterifikasi dan proses pembuatan metil ester sulfonat yang meliputi proses sulfonasi dengan menggunakan reaktan H₂SO₄, pemurnian, dan penetralan. Proses pembuatan MES melalui beberapa tahap yaitu sulfonasi, pemurnian dan penetralan. Tahap sulfonasi: metil ester yang diperoleh ditambahkan larutan asam sulfat dengan konsentrasi 50% dan nisbah reaktan yaitu 1:1,4, diaduk selama 75 menit. Kemudian dilakukan pemurnian dan proses pemucatan menggunakan H₂O₂ dan dilakukan netralisasi 11%.

25

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini meliputi proses produksi pembuatan MES melalui beberapa tahap persiapan bahan baku yang meliputi degumming, pembuatan metil ester CPO parit dengan metode transesterifikasi dan proses pembuatan metil ester sulfonat yaitu sulfonasi, pemurnian, dan penetralan.

Langkah pertama yang dilakukan pada tahap (a) yaitu degumming dengan cara memanaskan CPO parit pada suhu 80-90°C



selama 15 menit dengan ditambahkan larutan asam fosfat 85% sebanyak 0,05% dari berat CPO parit, dimana hasil pemanasan tersebut selanjutnya dilakukan pemisahan antara CPO parit dengan kotorannya; kemudian melakukan proses pembuatan Metil ester (tahap b) menggunakan CPO parit yang dihasilkan dari (tahap a) melalui proses transesterifikasi pada suhu 55-60°C selama 60 menit dengan menambahkan larutan metoksida yang terdiri dari methanol dan NaOH, dimana NaOH yang digunakan yaitu sebanyak 0,3 mol/kg minyak, sedangkan perbandingan reaktan antara minyak dengan methanol adalah 1:15, kemudian dilakukan proses pemisahan untuk menghasilkan metil ester; setelah itu membuat metil ester sulfonat (tahap c) dengan menggunakan metil ester yang dihasilkan pada tahap b dengan metode sulfonasi menggunakan reaktan H₂SO₄, dengan konsentrasi 50% dengan perbandingan 1:1,4, dan dilakukan pengadukan selama 75 menit sehingga dihasilkan metil ester sulfonat kasar; kemudian melakukan pemurnian metil ester sulfonat kasar (tahap d) yang dihasilkan pada tahap c) dengan memanaskan MES kasar pada suhu 50-55°C dengan menambahkan metanol sebanyak 40%, kemudian dilakukan proses pemucatan dengan menambahkan H₂O₂ sebanyak 11% dari total MES kasar selama 30 menit, kemudian dilakukan pemisahan, hasil pemisahan dilakukan proses penetralan dengan menambahkan larutan NaOH 45% sampai pH netral dan dipanaskan pada suhu 55-60°C selama 30 menit.

25 Karakteristik MES terbaik yang dihasilkan memperlihatkan nilai rata-rata tegangan permukaan 34,97 dyne/cm, kestabilan emulsi 87,33 menit, bilangan asam 0,45 mg KOH/g, berat jenis 1,213 g/ml dan rendemen 78,57%.

AbstrakPROSES PRODUKSI METIL ESTER SULFONAT
DARI METIL ESTER CPO PARIT

5

Proses pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) melalui beberapa tahap persiapan bahan baku dari CPO parit dengan cara degumming, pembuatan metil ester CPO parit dengan cara transesterifikasi dan proses pembuatan metil ester sulfonat yang meliputi proses sulfonasi dengan menggunakan reaktan H_2SO_4 , pemurnian, dan penetralan. Tahap sulfonasi: metil ester yang diperoleh ditambahkan larutan asam sulfat dengan konsentrasi 50% dan nisbah reaktan yaitu 1:1,4, diaduk selama 75 menit. Dan dimurnikan menggunakan metanol sebanyak 40% pada suhu 50-55°C dan pemucatan dilakukan dengan penambahan H_2O_2 sebanyak 11% dari total MES kasar selama 30 menit. Kemudian dilakukan proses netralisasi menggunakan larutan NaOH 45% sampai pH netral dan dipanaskan pada suhu 55-60°C selama 30 menit.

20 Invensi ini menghasilkan metil ester sulfonat dengan karakteristik nilai rata-rata tegangan permukaan 34,97 dyne/cm, kestabilan emulsi 87,33 menit, bilangan asam 0,45 mg KOH/g, berat jenis 1,213 g/ml dan rendemen 78,57%.

25

30