

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000047559 B-

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 31 Agustus 2017

(51) Klasifikasi IPC⁸ : C 09K 8/00, E 21B 43/00

(21) No. Permohonan Paten : P00201403381

(22) Tanggal Penerimaan: 10 Juni 2014

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

(43) Tanggal Pengumuman: 19 Februari 2016

(56) Dokumen Pemanding:
P00201100857

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
BPPTMGB "LEMIGAS"
Jl. Ciledug Raya Kav. 109,
Cipulir, Kebayoran Lama,
Jakarta 12230
INDONESIA

(72) Nama Inventor :
Hestuti Eni, S.T., ID
Sugihardjo, S.E., M.Eng., ID
Suwartiningsih, S.T., ID
Dr. Ir. Usman, M. Eng., ID
Ir. Letty Brioletty, M.T., ID
Ir. Edward M. Lumban Tobing, M.Sc., ID
Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P., ID
Novie Ardhyarini, S.Si., ID
Lusyana, S.T., M.Eng., ID
Slamet Handoko, S.T., ID
Daliya Indra Setyawan, S.T., ID
Ikha Novita Ma'wa Sukriya, S.T., ID
Sugihardjo, S.E., M.Eng., ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Ir. Dadan Samsudin, M.Si.

Jumlah Klaim : 1

(54) Judul Invensi : METODE PEMBUATAN SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT UNTUK APLIKASI EOR

(57) Abstrak :

Invensi ini berhubungan dengan produk dan metode pembuatan surfaktan metil ester sulfonat, khususnya berhubungan dengan proses pembuatan metil ester sulfonat (MES) dari minyak CPO sampai menghasilkan formula sebagai surfaktan untuk EOR. Surfaktan MES dipilih karena mempunyai nilai IFT yang memadai dan Indonesia kaya akan CPO sebagai bahan baku pembuatnya. Pencampuran surfaktan dilakukan untuk meningkatkan kinerja surfaktan sehingga memenuhi kriteria. Pembuatan surfaktan MES menggunakan bahan baku metil ester dari CPO yang diperoleh dari minyak curah. Pada invensi ini dilakukan uji pengaruh suhu reaksi, lama reaksi, dan rasio mol pereaksi dengan menggunakan NaHSO_3 sebagai bahan pensulfonasi. Proses formulasi menghasilkan formula surfaktan dengan kinerja mampu menurunkan tegangan antar muka mencapai 10^{-3} dyne/cm, kompatibel dengan air formasi, nilai *filtration ratio* (FR) lebih kecil dari 1,2 dan stabil sampai 30 hari pada suhu 60°C. Pada uji core flooding dengan batuan standar Bentheimer mampu menghasilkan minyak sebesar 16,51%.

Deskripsi

METODE PEMBUATAN SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT UNTUK APLIKASI EOR

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan surfaktan metil ester sulfonat (MES) untuk aplikasi pendesakan minyak dari lapangan minyak tua (EOR/ *Enhanced Oil Recovery*).

10

Latar Belakang Invensi

Metil ester sulfonat (MES) merupakan salah satu surfaktan anionik yang dibuat dari minyak nabati. MES berfungsi sebagai bahan aktif penurun tegangan permukaan yang banyak dimanfaatkan dalam berbagai macam industri seperti industri makanan, minuman, sabun, deterjen, kosmetika dan industri perminyakan. MES dengan bahan baku minyak nabati khususnya dari minyak kelapa sawit mempunyai potensi kinerja yang cukup baik untuk EOR, yaitu memiliki nilai tegangan antarmuka yang sesuai persyaratan. Namun demikian, masih menunjukkan hasil yang kurang baik pada uji screening lainnya, terutama pada uji kompatibilitas yaitu surfaktan MES belum terlarut pada air formasi sehingga memerlukan penambahan bahan lain untuk meningkatkan kinerja MES sebagai surfaktan untuk EOR. Adanya metode ini dimaksudkan untuk lebih mengoptimalkan proses pembuatan surfaktan sehingga menjadi lebih tepat dan cepat mencapai sasaran, yaitu ditemukannya formula surfaktan yang mempunyai kinerja memadai.

20
25
30

Penelitian mengenai formulasi dengan menggunakan MES sebagai surfaktan untuk aplikasi EOR pernah dilakukan oleh Rivai dkk (2011), Hambali dkk (2010) tetapi penambahan bahan

lain tidak memperbaiki nilai IFT. Penelitian pembuatan formula surfaktan yang mencampurkan MES, tergitol dan EGBE dengan komposisi MES 40%, tergitol 20% dan EGBE 40% pernah dilakukan oleh Tristantini (2011), komposisi MES 25%,
5 tween 25% dan EGBE 50% dilakukan oleh Novita dkk (2011) dan komposisi MES 40%, tergitol 20% dan EGBE 40% dilakukan oleh Halim (2011). Ketiganya belum mampu memenuhi persyaratan surfaktan untuk EOR sehingga tidak bisa dilakukan uji injeksi batuan (*core flooding*). Penggunaan EGBE dilaporkan
10 digunakan sebagai pelarut untuk tambahan surfaktan dari jenis hidroksi amida sulfonat teralkilasi mendapatkan paten dengan nomor paten US8293688, dimana surfaktan teralkilasi ini bukan dari bahan terbarukan.

Invensi ini menyediakan metode pembuatan surfaktan MES
15 berbasis minyak sawit untuk aplikasi EOR dengan kondisi pembuatan MES menggunakan sulfonasi dengan NaHSO_3 yang menghasilkan MES pada kondisi optimum yang terjadi pada rasio mol 1:1,5, suhu 100°C , lama reaksi 4,5 jam, dengan proses pemurnian menggunakan metanol 30%, suhu 50°C dan lama
20 reaksi 1,5 jam, proses netralisasi menggunakan NaOH 20%, suhu 50°C dan lama reaksi 0,5 jam menghasilkan IFT pada kisaran 10^{-3} dyne/cm. MES tersebut masih memiliki komparabilitas yang kurang baik sehingga perlu penambahan bahan lain yaitu tergitol, EGBE dan Na_2CO_3 . Perbandingan
25 berat surfaktan MES, tergitol dan EGBE ini sangat spesifik mempengaruhi sifat larutan induk surfaktan. Invensi ini berbeda dengan invensi atau literatur-literatur sebelumnya dimana invensi ini mampu menurunkan tegangan antar-muka mencapai 10^{-3} dyne/cm, kompatibel dengan air formasi, nilai
30 *filtration ratio* (FR) lebih kecil dari 1,2 dan stabil sampai 30 hari pada suhu 60°C . Pada uji *core flooding* dengan batuan standar Bentheimer mampu menghasilkan minyak sebesar 16,51%.

berat 80%:10%:10% menggunakan pengaduk magnet dengan kecepatan 100 rpm selama 30 menit untuk menghasilkan larutan induk surfaktan, dan

g. melarutkan larutan induk surfaktan dengan konsentrasi 0,3% dan ditambahkan dengan 0,1% Na_2CO_3 untuk menghasilkan larutan surfaktan cair.

Uraian Lengkap Invensi

Bahan baku yang digunakan adalah metil ester dari CPO yang diperoleh dari minyak curah. Proses sulfonasi dilakukan dengan menggunakan metil ester minyak CPO dan NaHSO_3 sebagai pereaksi. Pada invensi ini dilakukan uji pengaruh suhu reaksi, lama reaksi, dan rasio mol pereaksi dengan menggunakan NaHSO_3 sebagai bahan pensulfonasi. MES dibuat dengan bahan baku metil ester dari minyak kelapa sawit, menggunakan suhu reaksi 60, 80, 100, 120 dan 140°C , lama reaksi adalah 1,5; 3; 4,5; 6 dan 7,5 jam, dan rasio mol 1:1, 1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 dan 1:2. Setelah itu dilakukan proses pemurnian dengan menggunakan konsentrasi metanol 10, 20, 25, 30, 40 dan 50% (v/v), suhu pemurnian 30, 40, 50°C , 60 dan 70 dan lama pemurnian 1,5 jam. Selanjutnya dilakukan proses netralisasi menggunakan NaOH 20% dan direaksikan pada suhu 50°C selama 0,5 jam. Terakhir dilakukan pengukuran tegangan antarmuka (IFT) dan uji kompatibilitas.

Kondisi reaksi optimum pada MES dari CPO terjadi pada suhu reaksi sulfonasi 100°C , lama reaksi 4,5 jam, rasio mol 1:1,5 dengan proses pemurnian menggunakan metanol 25%, suhu 50°C dan lama reaksi 1,5 jam, proses netralisasi menggunakan NaOH 20%, suhu 50°C dan lama reaksi 0,5 jam. menghasilkan nilai IFT pada kisaran 10^{-3} Dyne/cm tetapi kompatibilitas dengan air formasi masih kurang sehingga perlu dilakukan penambahan dengan aditif lain dan pelarut.

Proses formulasi dilakukan dengan mencampur 80% MES

dari CPO dengan 10% tergitol dan 10% EGBE. Hasil campuran disebut sebagai larutan induk surfaktan. Larutan induk surfaktan dibuat larutan dengan konsentrasi 0.3% yang dilarutkan pada air formasi dengan salinitas 20.000 ppm dan dioptimasi dengan 0,1% Na₂CO₃ diuji nilai tegangan antarmuka (IFT), uji kompatibilitas, uji *thermal stability*, uji filtrasi dan uji *core flooding*. Hasil menunjukkan bahwa formulasi ini dapat menurunkan tegangan antar muka mencapai 10⁻³ dyne/cm, kompatibel dengan air formasi, nilai *filtration ratio* (FR) lebih kecil dari 1,2 dan stabil sampai 30 hari pada suhu 60°C. Pada uji *core flooding* dengan batuan standar Bentheimer mampu menghasilkan minyak sebesar 16,51%.

Invensi ini dapat dicapai dengan menyediakan metode pembuatan surfaktan metil ester sulfonat (MES) untuk aplikasi EOR dengan tahapan sulfonasi, pemisahan, pemurnian, penetralan, pengukuran IFT dan formulasi.

Sulfonasi metil ester dari minyak CPO dilakukan menggunakan zat pensulfonasi NaHSO₃ dengan rasio mol 1:1,5. Metil ester dan NaHSO₃ dipanaskan perlahan sampai temperatur mencapai 100°C dan dijaga selama 4,5 jam sambil dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk magnet (*magnetic stirrer*) dengan kecepatan 150 rpm dan dihubungkan pada kondenser yang berfungsi sebagai pendingin balik untuk menghasilkan asam metil ester sulfonat. Asam metil ester sulfonat yang dihasilkan didiamkan selama 24 jam (pendinginan).

Sentrifugasi asam metil ester sulfonat dilakukan dengan kecepatan 1500 rpm sehingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas adalah asam metil ester sulfonat dan lapisan bawah adalah endapan sisa reaktan. Selanjutnya endapan bagian bawah dibuang sehingga dihasilkan asam metil ester sulfonat cair.

Pemurnian asam metil ester sulfonat cair dilakukan dengan menambahkan metanol konsentrasi 25%. Selanjutnya

dilakukan pemanasan pada temperatur 50°C selama 1,5 jam untuk menghasilkan asam metil ester sulfonat murni.

Penetralan asam metil ester sulfonat murni dilakukan untuk menetralkan asam. Penetralan menggunakan larutan NaOH 20% sampai pH netral dan sesudahnya dilakukan pemanasan pada temperatur 50 °C selama 0,5 jam untuk menghasilkan metil ester sulfonat.

Metil ester sulfonat yang dihasilkan selanjutnya dibuat larutan surfaktan dengan menggunakan air formasi. Larutan yang terbentuk menunjukkan hasil tidak kompatibel dimana antara air formasi dan metal ester sulfonat tidak terlarut. Pengukuran IFT dengan menggunakan *spinning drop interfacial tensiometer* menghasilkan surfaktan MES dengan IFT $\sim 10^{-3}$ dyne/cm.

Untuk memperbaiki kelarutan surfaktan, maka dilakukan pencampuran surfaktan MES yang dihasilkan pada langkah sebelumnya dengan tergitol dan pelarut EGBE dengan perbandingan berat 80%:10%:10%. Untuk memaksimalkan pencampuran, dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk magnet dengan kecepatan 100 rpm selama 30 menit untuk menghasilkan larutan induk surfaktan.

Larutan induk surfaktan dibuat larutan dengan konsentrasi 0,3% dan ditambahkan dengan 0,1% Na₂CO₃ untuk menghasilkan larutan surfaktan cair.

25

Klaim

1. Metode pembuatan surfaktan metil ester sulfonat (MES) untuk aplikasi EOR dengan langkah-langkah sebagai berikut:
- 5
- a. mensulfonasi minyak CPO dengan menggunakan NaHSO_3 dengan rasio mol 1:1,5 pada temperatur 100°C selama 4,5 jam sambil diaduk dan dihubungkan pada pendingin balik untuk menghasilkan asam metil ester sulfonat,
- 10
- b. mensentrifugasi asam metil ester sulfonat dengan kecepatan 1500 rpm untuk memisahkan asam metil ester sulfonat cair dengan endapan,
- c. memurnikan asam metil ester sulfonat cair menggunakan metanol pada konsentrasi 25% dengan temperatur pemurnian 50°C selama 1,5 jam untuk menghasilkan asam metil ester sulfonat murni,
- 15
- d. menetralisasi asam metil ester sulfonat murni menggunakan NaOH 20% dan memanaskan pada temperatur 50°C selama 0,5 jam untuk menghasilkan metil ester sulfonat,
- 20
- e. mengukur metil ester sulfonat yang dihasilkan pada langkah d) sampai menghasilkan surfaktan MES dengan IFT $\sim 10^{-3}$ dyne/cm dengan menggunakan *spinning drop interfacial tensiometer*,
- 25
- f. mencampurkan surfaktan MES yang dihasilkan pada langkah e) dengan tergitol dan pelarut EGBE dengan perbandingan berat 80%:10%:10% menggunakan pengaduk magnet dengan kecepatan 100 rpm selama 30
- 30
- menit untuk menghasilkan larutan induk surfaktan, dan

g. melarutkan larutan induk surfaktan dengan konsentrasi 0.3% dan ditambahkan dengan 0,1% Na_2CO_3 untuk menghasilkan larutan surfaktan cair.

5

10

Abstrak**METODE PEMBUATAN SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT UNTUK
APLIKASI EOR**

5

Invensi ini berhubungan dengan produk dan metode pembuatan surfaktan metil ester sulfonat, khususnya berhubungan dengan proses pembuatan metil ester sulfonat (MES) dari minyak CPO sampai menghasilkan formula sebagai surfaktan untuk EOR. Surfaktan MES dipilih karena mempunyai nilai IFT yang memadai dan Indonesia kaya akan CPO sebagai bahan baku pembuatnya. Pencampuran surfaktan dilakukan untuk meningkatkan kinerja surfaktan sehingga memenuhi kriteria.

15 Pembuatan surfaktan MES menggunakan bahan baku metil ester dari CPO yang diperoleh dari minyak curah. Pada invensi ini dilakukan uji pengaruh suhu reaksi, lama reaksi, dan rasio mol pereaksi dengan menggunakan NaHSO_3 sebagai bahan pensulfonasi. Proses formulasi menghasilkan formula

20 surfaktan dengan kinerja mampu menurunkan tegangan antar muka mencapai 10^{-3} dyne/cm, kompatibel dengan air formasi, nilai *filtration ratio* (FR) lebih kecil dari 1,2 dan stabil sampai 30 hari pada suhu 60°C . Pada uji core flooding dengan batuan standar Bentheimer mampu menghasilkan minyak sebesar

25 16,51%.

30