



**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 : SENTRA HKI UNIVERSITAS SRIWIJAYA
Jl. Palembang - Prabumulih KM. 32
Indralaya Kabupaten Ogan Ilir,
Palembang, 30662,
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : METODE PEMISAHAN MINYAK DARI LIMBAH CAIR INDUSTRI
KELAPA SAWIT UNTUK BAHAN BAKU BIODIESEL

Inventor : Hj. Tuty Emilia Agustina, ST, MT, Ph.D
Dr. Ir. Hj. Susila Arita, DEA
Dr. Fitri Hadiah, ST, MT
Dr. Tuti Indah Sari, ST, MT
Dr. Tirto Prakoso, M.Eng
Dr. Eddy Heraldy, M.Si

Tanggal Penerimaan : 13 Mei 2019

Nomor Paten : IDS000002700

Tanggal Pemberian : 12 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

Deskripsi

METODE PEMISAHAN MINYAK DARI LIMBAH CAIR INDUSTRI KELAPA SAWIT UNTUK BAHAN BAKU BIODIESEL

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini mengenai suatu metode pemisahan minyak dari limbah cair industri kelapa sawit untuk bahan baku biodiesel. Lebih khusus lagi, pemisahannya dengan ekstraksi menggunakan pelarut non polar pada temperatur kamar.

Latar Belakang Invensi

Indonesia merupakan produsen dan eksportir minyak kelapa sawit terbesar. Industri kelapa sawit merupakan motor penggerak perekonomian sebagai sumber devisa dan penyerap tenaga kerja. Industri kelapa sawit Indonesia berpotensi terus berkembang untuk mencukupi kebutuhan Crude Palm Oil (CPO) dunia. Peningkatan produksi CPO tentu akan berdampak pada meningkatnya jumlah limbah industri yang dihasilkan. Limbah yang dihasilkan pada industri kelapa sawit terdiri dari limbah padat, cair, dan gas. Limbah cair industri kelapa sawit lebih populer dikenal sebagai Palm Oil Mill Effluent (POME). Sampai saat ini, limbah POME masih menjadi permasalahan lingkungan karena volumenya yang besar dan belum termanfaatkan dengan baik. Namun di sisi lain, POME memiliki nilai positif bagi keberlanjutan industri sawit bila dimanfaatkan dengan baik, salah satunya dapat diolah sebagai sumber energi alternatif yang terbarukan seperti biodiesel. Apalagi mengingat bahwa ketersediaan cadangan minyak mentah sebagai sumber energi utama di Indonesia, semakin lama semakin berkurang. Jika sejak dini tidak dilakukan upaya untuk mengurangi ketergantungan pada bahan bakar fosil, maka suatu saat akan terjadi krisis energi di Indonesia.

Upaya pencarian alternatif penggunaan bahan bakar fosil sudah lama dilakukan yaitu dengan mencari bahan baku atau sumber daya alam yang dapat diperbaharui, salah satunya adalah minyak nabati. Minyak nabati seperti CPO dapat digunakan sebagai salah satu sumber alternatif energi yang terbarukan. Namun penggunaan CPO sebagai bahan baku pembuatan biodiesel tidaklah disarankan

karena CPO merupakan bahan baku produk pangan sehingga dikhawatirkan akan mengganggu supply untuk kebutuhan pangan. Selain itu biodiesel berbahan baku CPO akan mengakibatkan harga CPO menjadi mahal, sehingga pada akhirnya biodiesel yang dihasilkan harganya menjadi tidak bersaing. Sementara itu limbah cair industri kelapa sawit berupa POME dapat dimanfaatkan dengan cara diambil minyaknya sebagai bahan baku untuk diolah menjadi biodiesel, sehingga bahan baku yang digunakan sama sekali tidak mengganggu produk utama yaitu CPO.

10 Kandungan minyak yang terdapat dalam limbah cair tersebut dapat dipisahkan dengan cara ekstraksi cair-cair. Dengan memanfaatkan limbah ini menjadi bahan baku biodiesel, diharapkan dapat mengatasi problem lingkungan akibat limbah cair yang dihasilkan industri kelapa sawit sekaligus dapat menghasilkan
15 biodiesel sebagaiantisipasi krisis energi bahan bakar fosil.

Faktor yang mempengaruhi dalam berhasilnya proses ekstraksi adalah mutu dan pelarut yang dipakai. Terdapat dua pertimbangan utama dalam pemilihan pelarut yang akan digunakan, yaitu harus memiliki daya larut yang tinggi dan pelarut tersebut tidak
20 berbahaya atau tidak beracun. Minyak merupakan senyawa yang bersifat non polar. Oleh karenanya untuk mengekstrak minyak dalam suatu campuran maka digunakan pelarut non polar. Dalam hal ini digunakan pelarut n-heksana untuk mengekstrak minyak dalam limbah cair, selanjutnya minyak yang diperoleh dijadikan bahan
25 baku pembuatan biodiesel.

Pemanfaatan limbah cair industri kelapa sawit untuk dijadikan energi terbarukan sebagian besar adalah dalam bentuk POME yang diolah menjadi biogas. Sedangkan pemanfaatan limbah cair kelapa sawit untuk dijadikan biodiesel masih sangat jarang
30 dilakukan. Metode ekstraksi pelarut dengan bantuan ultrasonik untuk recovery minyak dari limbah cair kelapa sawit untuk diisolasi kandungan senyawa karoten telah dilakukan oleh Supardan dkk (2013). Namun ekstraksi pelarut berbantuan ultrasonik dan tanpa bantuan ultrasonik memberikan perbedaan
35 yang tidak signifikan terhadap konsentrasi karoten yang terdapat dalam minyak yang diperoleh.

Pemanfaatan limbah cair kelapa sawit menjadi biodiesel telah dikaji oleh Purnamasari dkk (2013). Dilakukan uji coba

langsung pengolahan minyak limbah cair industri kelapa sawit menjadi biodiesel dengan menggunakan metode ultrasonik. Biodiesel yang diperoleh memiliki angka asam yang belum memenuhi baku mutu standar SNI dan rendemen yang masih rendah (55-58%). Angka asam yang masih tinggi ini (3,49-4,74 mg KOH/g) disebabkan sisa kandungan asam lemak yang masih tinggi setelah tahap transesterifikasi. Asam lemak yang terkandung yaitu sisa-sisa asam lemak bebas dan asam lemak mineral yang tidak habis ternetralisasi. Nilai angka asam menunjukkan tingkat keberhasilan dari tahapan transesterifikasi dalam proses pembuatan biodiesel. Apabila biodiesel memiliki angka asam yang tinggi maka akan memiliki sifat korosif yang tinggi dan dapat menimbulkan kerak atau jelaga pada peralatan. Kandungan asam lemak bebas dan air yang tinggi dalam limbah cair kelapa sawit dapat mengakibatkan terjadinya penyabunan (saponifikasi) dan akan menimbulkan masalah pada pemisahan gliserol sebagai produk samping. Selain itu rendemen biodiesel berbanding terbalik dengan kandungan asam lemak bebas pada minyak.

Persentasi produk yang dihasilkan, dalam hal ini biodiesel, terhadap bahan baku ditunjukkan oleh rendemen. Dengan demikian rendemen sangat dipengaruhi oleh kualitas bahan baku. Bahan baku yang digunakan berupa minyak limbah cair industri kelapa sawit dengan kandungan asam lemak bebas yang masih tinggi, yaitu rata-rata sebesar 27,5% setelah dilakukan proses degumming dan bleaching. Dengan demikian tingginya kandungan asam lemak bebas yang terkandung dalam limbah cair pabrik kelapa sawit menyebabkan tingginya angka asam dan rendahnya rendemen yang didapat.

Oleh sebab itu perlu dilakukan pengolahan bahan baku limbah cair industri kelapa sawit sebelum diproses menjadi biodiesel, terutama memisahkan air dan kotoran yang terlarut, serta menurunkan kandungan asam lemak bebasnya. Kandungan asam lemak bebas sebagian besar terdapat pada bagian lemak. Walaupun minyak dan lemak merupakan senyawa yang sama-sama tersusun oleh trigliserida, namun minyak berbentuk liquid pada suhu kamar, sedangkan lemak berbentuk padat pada suhu kamar. Pada invensi ini, bahan baku pembuatan biodiesel adalah minyak yang terkandung dalam limbah cair industri kelapa sawit. Sehingga

minyak dan lemak dalam bahan baku harus dipisahkan terlebih dahulu agar produk biodiesel memiliki kandungan asam lemak yang rendah dan mencapai rendemen yang tinggi. Minyak yang didapat dari hasil pemisahan selanjutnya dijadikan bahan baku untuk pembuatan biodiesel.

Tujuan invensi ini adalah mengekstrak minyak dalam limbah cair industri kelapa sawit yang dilakukan pada temperatur kamar untuk bahan baku biodiesel. Limbah cair yang diekstrak berasal dari bagian cooling pond. Proses ekstraksi berlangsung pada temperatur kamar menggunakan pelarut n-heksana. Pelarut ini merupakan pelarut non polar yang dapat melarutkan minyak dengan baik, harganya murah, dan mudah didapat. Minyak yang terlarut dalam n-heksana selanjutnya dipisahkan untuk dijadikan bahan baku pembuatan biodiesel melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi.

Invensi sebelumnya yang berkaitan dengan pembuatan biodiesel dengan bahan baku non CPO telah dilaporkan pada paten Nomor ID PP0027952, dimana diungkapkan minyak jarak pagar dapat dibuat menjadi biodiesel melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi. Minyak nabati lainnya yang dapat dijadikan bahan baku biodiesel adalah minyak kesambi seperti diungkapkan dalam paten IDP000037648, dan minyak nyamplung (paten IDP000044574). Namun demikian invensi tersebut masih mempunyai kelemahan-kelemahan dan keterbatasan yaitu produksi minyak nabati yang memerlukan proses yang lama sehingga tidak menjamin ketersediaan bahan baku setiap saat. Proses penanaman pohon sampai dapat menghasilkan minyak yang menjadi bahan baku biodiesel memerlukan modal yang besar dan waktu yang lama. Invensi lainnya terkait bahan baku pembuatan biodiesel, sebagaimana diungkapkan pada paten KR20160052873 (A) dimana diungkapkan limbah lemak hewan dapat diambil minyaknya dengan metode ekstraksi, untuk dijadikan biodiesel. Namun metode ekstraksi ini memerlukan treatment pemanasan bahan baku lemak hewan pada suhu 110-130°C, sehingga di dalam persiapan bahan baku sudah memerlukan energi tersendiri sebelum dirubah menjadi biodiesel. Selanjutnya Invensi yang diajukan ini dimaksudkan untuk mengatasi permasalahan yang dikemukakan diatas yaitu

ketersediaan bahan baku yang murah, melimpah dan tersedia setiap saat, serta persiapan bahan baku yang sederhana.

Tujuan utama dari invensi ini adalah untuk mengatasi permasalahan yang telah ada sebelumnya dimana terdapat 5 keterbatasan dalam menyediakan bahan baku minyak nabati non pangan untuk produksi biodiesel, khususnya pemisahan minyak dari limbah cair industri kelapa sawit dengan metode ekstraksi untuk bahan baku pembuatan biodiesel pada temperatur kamar. Tujuan lain dari invensi ini adalah pemanfaatan limbah cair menjadi 10 energi terbarukan sehingga dapat mengatasi permasalahan krisis energi dan permasalahan lingkungan.

Uraian Singkat Invensi

Invensi yang diusulkan ini pada prinsipnya adalah memisahkan 15 minyak dalam limbah cair industri kelapa sawit dengan metode ekstraksi. Pelarut n-heksana dicampurkan dengan sampel limbah cair dengan perbandingan 1:1 kemudian diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 50 rpm. Minyak yang terlarut dalam n-heksana dipisahkan dari lemak dan pengotor lainnya selama 3 hari pada 20 temperatur kamar. Lapisan minyak yang terletak pada bagian atas dipisahkan dari lemak serta kotoran lainnya yang terdapat di bagian bawah. Pelarut n-heksana dipisahkan dari minyak dengan cara destilasi di atas titik didih pelarut. Pelarut dapat digunakan kembali.

25 Minyak hasil ekstraksi ini agar dapat digunakan sebagai bahan baku untuk biodiesel melalui tahap-tahap esterifikasi dan transesterifikasi. Sebelum tahap esterifikasi minyak diukur angka asamnya, kemudian diesterifikasi dengan menggunakan metanol dan katalis asam. Penurunan angka asam mencapai 95% 30 dengan menggunakan rasio katalis minyak dengan HCl sebesar 1,5:200 ml. Setelah angka asam hasil esterifikasi kurang dari 5 mg KOH/g maka dilanjutkan dengan proses transesterifikasi dengan katalis katalis KOH 1,5% untuk mendapatkan biodiesel dengan yield sebesar 60%. Biodiesel yang dihasilkan telah memenuhi 35 standar baku mutu biodiesel SNI 0471822006 untuk densitas, viskositas kinematik, angka asam, angka penyabunan, kadar metil ester, gliserol bebas, total gliserol, dan kestabilan oksidasi.

Uraian Lengkap Invensi

Tahap pertama diawali dengan mencampurkan sampel limbah cair dengan pelarut n-heksana dengan perbandingan 0,5-2, dimana volume total campuran sebanyak 300 ml. Campuran diaduk menggunakan pengaduk dengan kecepatan 50 rpm selama 1 jam pada temperatur kamar. Selanjutnya campuran dipisahkan dengan presipitasi pada temperatur kamar dan waktu pemisahan selama 1-4 hari. Minyak yang terdapat pada lapisan bagian atas dipisahkan, kemudian didestilasi pada temperatur 80°C untuk merecovery pelarut n-heksana, dan minyak yang diperoleh dianalisa angka asamnya sebelum dijadikan bahan baku pembuatan biodiesel.

Hasil ekstraksi ini untuk dapat digunakan sebagai bahan baku untuk biodiesel melalui tahap-tahap esterifikasi dan transesterifikasi.

Esterifikasi dilaksanakan dalam labu leher tiga dengan menggunakan metanol dan katalis HCl. Jumlah katalis yang digunakan sebanyak 0,5-2,5 ml. Reaksi berlangsung 1 jam dengan temperatur 70°C. Tahap esterifikasi dilaksanakan dengan urutan sebagai berikut. Pertama minyak yang diperoleh dari hasil destilasi sebanyak 200 ml dimasukkan kedalam labu leher tiga kemudian masukkan magnetik stirrer. Labu leher tiga dihubungkan dengan rangkaian refluks kondensor, kemudian dipanaskan di atas hot plate hingga mencapai temperatur 70°C. Kecepatan pengadukan magnetik stirrer diatur agar transfer panas di dalamnya berlangsung baik. Pada tempat terpisah, katalis HCl sebanyak 0,5-2,5 ml/200 ml minyak dicampur dengan metanol kemudian diaduk rata. Setelah temperatur 70°C dicapai, campuran HCl dan metanol dicampurkan ke dalam labu leher tiga secara perlahan. Dengan cepat, labu leher tiga tersebut ditutup rapat hingga didapat kondisi reaksi batch. Campuran direfluks sambil diaduk dengan menggunakan stirrer. Suhu reaksi dijaga agar konstan pada suhu 65-70°C selama 1 jam. Setelah 1 jam, hasil reaksi di dalam labu leher tiga dimasukkan ke dalam labu pemisah. Kemudian, didiamkan selama ± 1 jam. Setelah proses settling selesai, produk air dan metil ester dipisahkan ke dalam wadah yang berbeda. Produk air dan lapisan atas yang terbentuk selanjutnya ditimbang. Hasil lapisan atas (metil ester dan air) dikeringkan airnya dengan cara dipanaskan dengan suhu 110°C hingga semua air

teruapkan, lalu dimasukkan di dalam beaker gelas untuk dikur
angka asamnya, dan digunakan kembali dalam proses
transesterifikasi jika angka asam <5 . Jika angka asam >5 , maka
tahap esterifikasi harus diulang. Tahap kedua merupakan tahap
5 reaksi transesterifikasi yang dilakukan dengan urutan sebagai
berikut. Hasil tahap esterifikasi (lapisan atas setelah
pengeringan kandungan air) dimasukkan ke dalam labu leher tiga,
lalu masukkan magnetik stirrer. Labu leher tiga dihubungkan
dengan rangkaian refluks kondensor, kemudian dipanaskan di atas
10 hot plate hingga mencapai temperatur 70°C selama 1 jam. Kecepatan
pengadukan magnetik stirrer diatur agar transfer panas di
dalamnya berlangsung baik. Pada tempat terpisah, katalis KOH
sebanyak 1,5% dari berat minyak dicampur dengan metanol,
kemudian diaduk rata. Setelah temperatur $65-70^{\circ}\text{C}$ dicapai,
15 campuran KOH dan metanol dimasukkan ke dalam labu leher tiga
secara perlahan. Dengan cepat, labu leher tiga tersebut ditutup
rapat hingga didapat kondisi reaksi batch. Campuran direfluks
sambil diaduk dengan menggunakan stirrer. Suhu reaksi dijaga
agar konstan pada suhu 70°C selama 1 jam, dan kecepatan agitasi
20 magnetik stirrer diatur. Setelah 1 jam, hasil reaksi di dalam
labu leher tiga dimasukkan ke dalam labu pemisah, kemudian
didiamkan selama 1 jam. Setelah proses settling selesai, produk
crude metil ester dan gliserol di pisahkan ke dalam wadah yang
berbeda. Crude metil ester tadi dimasukkan kembali ke dalam labu
25 pemisah untuk dilakukan proses pencucian. Air bersih dipanaskan
hingga 55°C kemudian dimasukkan ke dalam labu pemisah dan
kemudian didiamkan sejenak hingga terbentuk dua lapisan. Air
cucian pada lapisan bawah dibuang dan bagian atas berupa minyak
yang sudah dicuci. Pencucian ini dilakukan berulang hingga air
30 hasil pencucian menjadi jernih. Hasil pencucian berupa metil
ester dipisahkan dan dipanaskan sambil diaduk dengan suhu 110°C
hingga semua air teruapkan. Setelah 1 jam, hasil pencucian
didinginkan hingga suhu kamar, metil ester (biodiesel) yang
diperoleh ditimbang kemudian dianalisa.

35 Hasil karakterisasi biodiesel yang didapatkan dari minyak
yang dipisahkan dari limbah cair telah sesuai dengan standar
biodiesel SNI 0471822006 untuk densitas, viskositas kinematik,

angka asam, angka penyabunan, kadar metil ester, gliserol bebas, total gliserol, dan kestabilan oksidasi.

5

10

15

Klaim

1. Suatu metode pemisahan minyak dari limbah cair industri kelapa sawit untuk bahan baku biodiesel yang terdiri dari langkah-langkah sebagai berikut :

a. Mengekstraksi limbah cair industri kelapa sawit dengan menggunakan pelarut n-heksana, dengan perbandingan sampel limbah cair dan pelarut n-heksana adalah 1:1

b. Mengaduk selama 1 jam menggunakan magnetik stirrer dengan kecepatan 50 rpm pada temperatur kamar

c. Memisahkan minyak dari lemak dan kotoran dengan presipitasi selama 3 hari

d. Memisahkan minyak dari pelarut n-heksana dengan destilasi pada suhu 80°C selama 1-2 jam sehingga diperoleh minyak.

Abstrak**5 METODE PEMISAHAN MINYAK DARI LIMBAH CAIR INDUSTRI KELAPA SAWIT
UNTUK BAHAN BAKU BIODIESEL**

Permasalahan limbah industri yang dapat menyebabkan pencemaran sungai dan ketatnya regulasi tentang limbah saat ini menjadi perhatian utama bagi industri terutama industri minyak kelapa sawit. Minyak sawit mentah (crude palm oil, CPO) merupakan penghasil devisa andalan bagi Indonesia dari sektor industri agro. Kendala yang dialami saat ini adalah sulitnya proses degradasi terhadap limbah akibat tingginya kuantitas dan kandungan kontaminan yang dapat mencapai hingga 40.000-120.000 mg/l untuk COD. Tujuan invensi ini adalah memisahkan minyak dalam limbah cair industri kelapa sawit yang dilakukan pada temperatur kamar untuk bahan baku biodiesel. Limbah cair yang diekstrak berasal dari bagian cooling pond. Metode pemisahan minyak dari limbah cair industri kelapa sawit untuk bahan baku biodiesel dilakukan dengan ekstraksi menggunakan pelarut n-heksana teknis, dengan perbandingan sampel limbah cair dan pelarut n-heksana adalah 1:1, pengadukan selama 1 jam dengan kecepatan 50 rpm pada temperatur kamar, dilanjutkan pemisahan minyak dari lemak serta kotoran dengan presipitasi selama 3 hari, pemisahan pelarut dengan destilasi pada suhu 80°C, dan minyak yang dipisahkan dapat digunakan untuk bahan baku pembuatan biodiesel melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi. Biodiesel yang dihasilkan telah memenuhi standar biodiesel SNI 0471822006 untuk densitas, viskositas kinematik, angka asam, angka penyabunan, kadar metil ester, gliserol bebas, total gliserol, dan kestabilan oksidasi.

Gambar 1. Diagram alir metode pemisahan minyak dari limbah cair industri kelapa sawit untuk bahan baku biodiesel

5

