



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : SENTRA HKI UNIVERSITAS SRIWIJAYA
Jl. Raya Palembang-Prabumulih Km. 32
Inderalaya, Kab. Ogan Ilir, Palembang 30662
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : PROSES PEMBUATAN KATALIS KOMPOSIT
MONMORILONIT KARBON SULFONAT DAN PENGGUNAAN
UNTUK PEMBUATAN BIODISEL

Inventor : Dr. Hasanudin, M.Si
Nova Yuliasari, S.Si, M.Si

Tanggal Penerimaan : 12 November 2015

Nomor Paten : IDP000053524

Tanggal Pemberian : 19 September 2018

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 22 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten 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**PROSES PEMBUATAN KATALIS KOMPOSIT MONMORILONIT KARBON SULFONAT
DAN PENGGUNAAN UNTUK PEMBUATAN BIODISEL**

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat dan penggunaannya untuk pembuatan biodiesel. Lebih khusus invensi ini berhubungan dengan teknik pembuatan katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat dan aplikasinya untuk mengkatalis proses pembuatan biodiesel dari limbah sludge industri CPO.

15 Latar Belakang Invensi

Asam lemak yang terkandung pada sludge CPO sangat berpotensi dalam pembuatan biodiesel. Biodiesel diproduksi melalui proses alkoholisis (transesterifikasi) antara trigliserida dengan metanol atau etanol dengan bantuan katalis menjadi alkil ester dan gliserol. Biodiesel juga dapat diproduksi dengan dengan proses esterifikasi dari asam lemak bebas dengan metanol atau etanol dengan bantuan katalis asam menjadi alkil ester dan air. Pembuatan biodiesel biasanya melibatkan reaksi transesterifikasi pada asam lemak yang terkandung pada sampel dengan menggunakan katalis tertentu. Akan tetapi adanya kandungan asam lemak bebas yang tinggi maka harus dilakukan reaksi esterifikasi terlebih dahulu agar asam lemak bebas ini tidak menghambat pembentukan biodiesel. Katalis untuk esterifikasi dan transesterifikasi dalam produksi biodiesel yang sering digunakan pada saat ini adalah katalis homogen diantaranya adalah KOH, NaOH dan H₂SO₄. Katalis homogen memiliki fasa yang sama dengan pereaksi dan dapat mempercepat reaksi melalui pembentukan kompleks teraktifasi

dengan reaktan. Meskipun demikian, katalis homogen memiliki beberapa kelemahan karena dapat menyebabkan kerosi peralatan, kesulitan dalam penanganan dan pemisahan produk dari katalis. Kelemahan lain dari katalis homogen adalah prosesnya masih tergolong mahal, konversi yang masih rendah, serta terdapat hasil samping berupa limbah asam atau basa yang dapat mencemari lingkungan. Melihat kondisi tersebut maka dibutuhkan cara lain untuk mengatasi masalah tersebut yakni dengan menggunakan katalis heterogen asam padat berbasis karbon aktif sulfonat.

10 Proses esterifikasi asam lemak bebas menggunakan katalis heterogen tidak bersifat korosif, memiliki luas permukaan yang besar sehingga mudah dipisahkan pada produk yang terbentuk, bisa digunakan kembali seperti katalis asam padat karbon sulfonat.

Berdasarkan Penelitian, karbon sulfonat dapat ,memenuhi syarat sebagai katalis heterogen yakni memiliki luas permukaan yang besar, memiliki gugus sulfonat dan struktur morfologi katalis lebih terbuka pada karbon aktif setelah proses sulfonasi. Katalis asam padat (heterogen) memiliki keunggulan yang unik dalam reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi. Hal ini dikarenakan dapat meningkatkan nilai asam lemak yang tinggi untuk digunakan sebagai bahan baku sintesis biodiesel.

Karbon sulfonat dapat dibuat dengan menggunakan bahan dasar gula tebu, glukosa maupun tetes tebu yang diubah terlebih dahulu menjadi poliaromatik hidrokarbon yang masih memiliki gugus -OH melalui karbonisasi tidak sempurna pada temperatur diantara 300-500°C. Karbon yang dihasilkan dari proses karbonisasi kemudian dilakukan proses sulfonasi dengan menggunakan asam sulfat. Struktur poliaromatik hidrokarbon yang mengikat gugus sulfonat dari asam sulfat pada proses sulfonasi, dimana gugus sulfonat diharapkan sebagai situs aktif dari katalis sehingga hasil dari sulfonasi didapatkan karbon sulfonat (Mochida, et.al., J. Blaz, Chem. Soc., 2006, 17, 06:1059-1073)

Karbon umumnya memiliki berat jenis yang rendah, sehingga homogenitas katalis dalam reaksi juga rendah. Oleh karena itu, karbon perlu ditingkatkan berat jenis dengan menggunakan bahan pendukung yang bersifat katalis dan memiliki berat jenis yang besar. Pembentukan komposit monmorilonit -karbon tersulfonasi dilakukan melalui proses adsorpsi precursor karbon pada monmorilonit yang dilakukan dengan proses karbonisasi dan sulfonasi untuk mendapatkan karbon sulfonat yang diharapkan dapat meningkatkan sifat katalitiknya. Katalis asam padat yang sangat baik dalam reaksi esterifikasi. Tingkat keasaman gugus sulfonat yang dimiliki katalis asam karbon sulfonat menyumbangkan ion H⁺ dalam reaksi sehingga memberikan sifat katalitik dalam reaksi.

Invensi dalam paten cina CN 201010109149 telah membuat karbon sulfonat dari sukrosa, glukosa, furaldehid dan polyvinyl alkohol tanpa dilakukan komposit dengan bahan lainnya dengan menggunakan hidrotermal yang menghasilkan katalis dengan nilai asam katalis sekitar 2,3 mmol/gram dan dapat diaplikasikan untuk esterifikasi asam lemak dengan metanol dengan konversi sebesar 95%. Invensi dalam paten cina 200910046144 dari berbagai sumber prekursor karbon tanpa komposit dengan bahan anorganik lainnya dengan cara karbonisasi langsung dan sulfonisasi karbohidrat. Sementara itu, pada invensi dalam paten cina CN102078823B telah mempublikasikan metode pembuatan katalis asam padat berupa komposit alumina karbon sulfonat yang diaplikasikan untuk esterifikasi asam oleat dengan metanol dengan konversi sebesar 97%.

Uraian Singkat Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan katalis komposit monmorilonit sulfonat yang meliputi langkah-langkah:

- a) Mencuci monmorilonit alam dengan air bebas mineral;

- b) Mencampur dan mendispersikan monmorilonit dengan prekursor karbon dari glukosa, gula tebu, dan tetes tebu;
- c) Karbonisasi campuran monmorilonit dan prekursor karbon menjadi komposit monmorilonit karbon;
- 5 d) Sulfonasi komposit monmorilonit karbon sulfonat dengan asam sulfat.

Proses pembuatan katalis komposit monmorilonit sulfonat tersebut sebaiknya metode karbonisasi dilakukan pada temperatur 400-500°C selama 10-15 jam. Selanjutnya proses pembuatan katalis
10 dimaksud sebaiknya rasio prekursor dan komposit monmorilonit karbon dengan kisaran 0,3 - 3. Juga diungkapkan penggunaan katalis yang dibuat dengan proses tersebut untuk pembuatan biodiesel melalui esterifikasi asam lemak dari sludge CPO dengan reaktor batch.

15

Uraian Lengkap Invensi

Lempung monmorilonit yang digunakan adalah lempung monmorilonit alam diayak menggunakan pengayak berukuran 200 mesh. Pemilihan monmorilonit sebagai bahan komposit karena
20 monmorilonit memiliki bera jenis yang besar dan bisa mengembang dalam air sehingga proses masuknya preskursor karbon akan lebih mudah. Untuk menghilangkan pengotor dari monmorilonit alam, monmorilonit alam dicuci dengan aquades, disaring dan dikeringkan dalam oven selama 24 jam. Produk ini kemudian disebut
25 monmorilonit.

Monmorilonit didispersikan ke dalam air bebas mineral dan diaduk selama 5 jam. Penggunaan air bebas mineral ini bertujuan agar tidak ada mineral yang tertinggal didalam monmorilonit yang dapat menyebabkan berkurangnya sifat katalis dari monmorilonit.
30 Ke dalam monmorilonit yang telah didispersikan ke dalam air bebas ion dituangkan sedikit demi sedikit larutan yang menjadi prekursor karbon berupa glukosa atau gula atau tetes tebu sampai

diperoleh rasio berat prekursor dan monmorilonit dengan kisaran 0,3 - 3,0. Jika rasio berat prekursor karbon dan monmorilonit kurang dari 0,3 akan mengakibatkan jumlah gugus sulfonat yang masuk ke komposit akan sedikit sehingga mengurangi sifat katalis.

5 Tetapi bila rasionya lebih dari 3,0 walaupun gugus sulfonatnya lebih banyak terbentuk, tetapi berat jenis katalis menjadi rendah sehingga ketika diaplikasikan untuk katalis esterifikasi pada pembuatan biodiesel katalis tersebut sulit untuk terdistribusi merata sehingga menurunkan kinerja katalis. Penggunaan gula,

10 glukosa dan tetes tebu sebagai prekursor karbon karena bahan-bahan prekursor karbon tersebut mudah untuk didispersikan ke permukaan monmorilonit. Campuran ini kemudian dikeringkan pada suhu 80°C hingga membentuk pasta. Pasta yang terbentuk dikarbonisasi pada suhu 400-500°C selama 10-15 jam. Setelah

15 dikarbonisasi, bahan ini kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh dan hasil ini disebut komposit monmorilonit karbon. Karbon yang terdispersi pada permukaan inilah yang berperan sebagai tempat menempelnya gugus sulfonat yang berperan sebagai penyedia ion H⁺ pada proses reaksi katalitik

20 esterifikasi.

Komposit monmorilonit karbon kemudian direfluks dalam asam sulfat pekat sebanyak 100 mL untuk tiap 40 gram komposit monmorilonit karbon pada suhu 100-150°C selama 10-15 jam. Setelah itu komposit yang telah mengandung kadar sulfat dicuci dengan

25 air bebas ion untuk menghilangkan sulfat yang tidak terikat pada komposit monmorilonit karbon, produk ini kemudian disebut komposit monmorilonit karbon sulfonat.

Contoh Percobaan:

30 Rasio berat prekursor karbon dan monmorilonit = 1,0 : 1,0
 Waktu karbonisasi = 15 jam
 Temperatur karbonisasi = 450°C

Katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat yang didapat dengan sfesifikasi sebagai berikut:

Karakter	Satuan	Nilai*		
		A	B	C
Luas permukaan spesifik	(m ² /g)	102,5	98,7	95,3
Volume pori	(10 ⁻³ mL/g)	35,4	36,8	37,9
Rerata Jejari Pori	(A)	15,8	17,6	17,9
Nilai asam**	(mmol/g)	9,4	8,8	9,6

Keterangan :

*Nilai A) Sumber Karbon glukosa B) gula C) tetes tebu

5 **Nilai asam ditentukan dengan titrasi NaOH

Katalis komposit monmorilonit digunakan untuk katalis reaksi esterifikasi asam lemak dari sludge CPO dengan jumlah katalis digunakan sebanyak 1-3 gram untuk tiap-tiap 25 gram kadar asam lemak bebas dalam sampel. Reaksi dilangsungkan dalam reaktor batch pada suhu 60-90°C selama 90-150 menit dengan penambahan alkohol dengan rasio mol alkohol dan asam lemak bebasnya 10-20 rasio mol.

Contoh Percobaan:

15 Jumlah katalis = 2 gram
 Asam lemak = 25 gram
 Temperatur esterifikasi = 80°C
 Waktu esterifikasi = 120 menit
 Rasio mol alkohol dan asam lemak = 20
 20 Menghasilkan biodiesel sebesar = 97,4 %

Klaim

1. Proses pembuatan katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat yang meliputi langkah-langkah:
 - 5 a) Mencuci monmorilonit alam dengan air bebas mineral;
 - b) Mencampur dan mendispersikan monmorilonit dengan prekursor karbon dari glukosa, gula tebu, dan tetes tebu;
 - c) Karbonisasi campuran monmorilonit dan prekursor karbon menjadi komposit monmorilonit karbon;
 - 10 d) Sulfonasi komposit monmorilonit karbon dengan asam sulfat.

2. Proses pembuatan katalis komposit monmorilonit sulfonat, sebagaimana yang diklaim dalam klaim 1, dimana metode karbonisasi dilakukan pada temperatur 400-500°C selama 10-15
15 jam.

3. Proses pembuatan katalis komposit monmorilonit sulfonat, sebagaimana yang diklaim dalam klaim 1, dimana rasio prekursor dan komposit monmorilonit karbon dengan kisaran 0,3 - 3.
20

4. Penggunaan katalis yang dibuat dengan proses sebagaimana yang diklaim dalam klaim 1-3 untuk pembuatan biodiesel.

Abstrak**PROSES PEMBUATAN KATALIS KOMPOSIT MONMORILONIT KARBON SULFONAT
DAN PENGGUNAAN UNTUK PEMBUATAN BIODISEL**

5 Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat dan penggunaannya untuk pembuatan biodiesel. Lebih khusus invensi ini berhubungan dengan teknik pembuatan katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat dan aplikasinya untuk mengkatalis proses pembuatan biodiesel dari
10 limbah sludge industri CPO, yang meliputi langkah-langkah sebagai berikut; pemurnian monmorilonit alam; pembuatan komposit monmorilonit karbon dari monmorilonit alam dan sumber karbon berupa glukosa, gula tebu dan tetes tebu; sulfonasi komposit monmorilonit karbon dengan asam sulfat pekat menghasilkan
15 komposit monmorilonit karbon sulfonat; aplikasi katalis komposit monmorilonit karbon sulfonat yang dibuat dengan metode di atas untuk menghasilkan biodiesel dari sludge CPO yang meliputi langkah-langkah; esterifikasi asam lemak dari sludge CPO pada temperatur 60-90°C dengan katalis komposit monmorilonit karbon
20 sulfonat pada reaktor batch; dan pemisahan produk cairan biodiesel dengan bagian produk samping, sisa alkohol dan katalis.