



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 UNSRI
Jl. Raya Palembang-Prabumulih Km. 32
Inderalaya, Kab. Ogan Ilir,
Palembang 30662

Untuk Invensi dengan Judul : METODE REGENERASI KATALIS MONMORILONIT
KARBON SULFONAT UNTUK PROSES PEMBUATAN
BIODIESEL

Inventor : Dr. Hasanudin, M.Si

Tanggal Penerimaan : 19 Januari 2017

Nomor Paten : IDP000065442

Tanggal Pemberian : 13 Desember 2019

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

METODE REGENERASI KATALIS MONMORILONIT KARBON SULFONAT UNTUK PROSES PEMBUATAN BIODIESEL

5 Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode regenerasi katalis asam padat pada proses pembuatan biodiesel. Lebih khusus invensi ini berhubungan dengan proses regenerasi katalis monmorilonit karbon sulfonat menggunakan pelarut organik dan pemanasan.

Latar Belakang Invensi

Proses produksi biodiesel dari bahan baku minyak nabati dan hewani seringkali menggunakan katalis asam padat. Penggunaan katalis asam padat ini memiliki kelebihan karena bisa diregenerasi sehingga bisa digunakan kembali. Regenerasi ini bertujuan untuk menghilangkan racun-racun katalis yang menyebabkan katalis mengalami deaktivasi sehingga kinerja katalis menjadi berkurang. Metode regenerasi katalis merupakan salah satu cara untuk menekan biaya produksi katalis.

Regenerasi katalis asam padat berbasis Karbon sulfonat telah dilakukan oleh paten Jepang JP2014000501A. Regenerasi pada paten tersebut menggunakan asam sulfat pekat yang bertujuan untuk memasukkan kembali gugus sulfonat kedalam karbon untuk membentuk karbon sulfonat yang baru. Metode tersebut merupakan langkah pembuatan kembali karbon sulfonat dari katalis bekas. Penggunaan asam sulfat pekat ini memerlukan kondisi reaktor yang tahan terhadap kondisi asam karena asam sulfat bersifat korosi. Sehingga regenerasi asam sulfat ini kurang memerlukan biaya tinggi baik dari segi pabrikasi maupun biaya penggunaan asam sulfat.

Regenerasi katalis asam padat juga telah dilakukan dengan menggunakan metode yang terdapat pada paten rusia RU2500476C2. Pada paten RU2500476C2 proses regenerasi dilakukan pada temperatur 350-550°C. Jika metode ini diaplikasikan pada katalis monmorilonit karbon sulfonat maka katalis akan rusak karena pada temperatur tinggi karbon akan terbakar dan monmorilonit akan rapuh. Sementara itu penggunaan temperatur tinggi juga memiliki biaya tinggi.

Pada invensi ini, proses regenerasi katalis dibutuhkan pelarut dan kondisi yang mampu menghilangkan racun-racun katalis yang terikat pada situs aktif katalis. Pemilihan pelarut untuk regenerasi katalis yang digunakan untuk mengkatalisis proses ini haruslah bisa melarutkan senyawa-senyawa yang terikat pada situs aktif. Persyaratan tersebut harus dimiliki oleh pelarut yang memiliki sifat yang sama dengan racun katalis. Pelarut yang digunakan untuk regenerasi katalis ini adalah alkohol, aseton dan n-Heksan. Kelebihan metode yang dijelaskan pada paten ini adalah pemanfaatan pelarut yang murah, tidak bersifat korosif dan temperatur yang digunakan pada proses regenerasi lebih rendah dibandingkan dengan paten terdahulu, tetapi menghasilkan katalis yang memiliki kinerja lebih dari 90%.

Uraian Singkat Invensi

Invensi ini mengungkapkan suatu metode regenerasi katalis monmorilonit karbon sulfonat yang digunakan untuk pembuatan dan produksi biodiesel dari minyak nabati dan hewani.

Metode regenerasi katalis monmorilonit karbon sulfonat yang dapat digunakan untuk katalis reaksi esterifikasi minyak nabati dan hewani untuk menghasilkan biodiesel meliputi langkah-langkah, pembuatan Na-monmorilonit dari monmorilonit alam; karbonisasi monmorilonit; sulfonasi dengan asam sulfat

pekat untuk menghasilkan karbon sulfonat; refluks katalis yang sudah tidak aktif dengan pelarut organik alkohol (metanol atau etanol), aseton atau n-heksan dengan kondisi refluks dilakukan pada temperatur 40-80°C selama 30-60 menit; memisahkan katalis yang telah diregenerasi dari pelarutnya dengan cara menyaring menggunakan alat saringan 200 mesh atau disentrifuge; mengeringkan katalis yang sudah direfluks dan disaring. Katalis hasil regenerasi ini dapat digunakan kembali sebagai katalis esterifikasi asam lemak bebas dan mampu menghasilkan biodiesel lebih dari 90%.

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini merupakan pengembangan dari invensi sebelumnya yang sudah terdaftar di Kemenkumham dengan nomor permohonan paten P00201507324. Inventor saat ini menggunakan katalis lempung monmorilonit karbon sulfonat yang metode pembuatannya sesuai dengan invensi sebelumnya. Lempung yang digunakan adalah lempung monmorilonit alam yang diayak menggunakan pengayak berukuran 250 mesh. Kemudian dicuci dengan aquades, disaring dan dikeringkan dalam oven selama 24 jam. Lempung kemudian direndam dalam NaCl 1,0 M selama 24 jam, kemudian dijenuhkan dengan NaCl diaduk selama 24 jam dan dicuci dengan air bebas mineral. Pencucian ini bertujuan untuk membersihkan ion klorida dan dilakukan sampai filtrat yang diperoleh menjadi jernih dan menunjukkan uji negatif terhadap larutan AgNO₃. Produk ini kemudiandisebut Na-Monmorilonit.

Na-Monmorilonit sebanyak 500 gram 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. 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 monmorilont kurang dari 0,3 akan
5 mengakibatkan jumlah gugus sulfonat yang masuk ke komposit akan sedikit sehingga mengurangi sifat katalis. 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
10 biodiesel katalis tersebut sulit untuk terdistribusi merata sehingga menurunkan kinerja katalis. Penggunaan gula, 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
15 hingga membentuk pasta. Pasta yang terbentuk dikarbonisasi pada suhu 400-500°C selama 10-15 jam. Setelah 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
20 menempelnya gugus sulfonat yang berperan sebagai penyedia ion H⁺ pada proses reaksi katalitik 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.
25 Setelah itu komposit yang telah mengandung kadar sulfat dicuci dengan air bebas ion untuk menghilangkan sulfat yang tidak terikat pada komposit monmorilonit karbon, produk ini kemudian disebut komposit monmorilonit karbon sulfonat.

Katalis komposit monmorilonit digunakan untuk katalis
30 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.

5 Contoh Percobaan:

Jumlah katalis = 2 gram

Asam lemak = 25 gram

Temperatur esterifikasi = 80°C

Waktu esterifikasi = 120 menit

10 Rasio mol alkohol dan asam lemak = 20

Menghasilkan biodiesel sebesar = 97,4 %

Katalis yang telah digunakan kemudian digunakan kembali pada proses produksi biodiesel, apabila kinerja katalis dalam memproduksi biodiesel kurang dari 80%, maka dikatakan katalis tersebut telah terdeaktifasi dan harus dilakukan regenerasi. Regenerasi katalis dilakukan dengan melakukan pencucian katalis.

Katalis yang telah mengalami deaktivasi dilakukan pencucian dengan menggunakan pelarut organik berupa alkohol (metanol atau etanol), aseton dan n-heksan. Penggunaan antara katalis dan pelarut organik adalah 10-25 gram katalis dengan 100 mL pelarut organik. Katalis yang akan diregenerasi direndam dalam pelarut organik lalu direfluks pada rentang suhu 40-80°C selama 30-60 menit. Setelah direfluks dilakukan pemisahan dengan cara penyaringan menggunakan alat saringan 200 mesh atau sentrifuge dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 2 jam. Katalis hasil regenerasi ini dapat digunakan kembali sebagai katalis esterifikasi asam lemak bebas dan mampu menghasilkan biodiesel lebih dari 90%.

Contoh Percobaan:

Katalis hasil regenerasi dengan pelarut organik aseton dan direfluks pada suhu 60°C selama 60 menit dilakukan uji aktifitas katalitik dengan kondisi berikut:

5	Jumlah katalis	= 2 gram
	Asam lemak	= 25 gram
	Temperatur esterifikasi	= 80°C
	Waktu esterifikasi	= 120 menit
	Rasio mol alkohol dan asam lemak	= 20
10	Menghasilkan biodiesel sebesar	= 96,8 %

15

20

25

30

Klaim

1. Metode regenerasi katalis monmorilonit karbon sulfonat meliputi langkah-langkah:
 - 5 a) merefluks katalis monmorilonit karbon sulfonat yang telah mengalami deaktivasi dengan pelarut organik, dimana pelarut organik tersebut adalah alkohol yaitu metanol atau etanol, aseton dan/atau n-heksan dengan kondisi refluks dilakukan pada temperatur 40-80°C selama 30-60 menit;
 - 10 b) memisahkan katalis yang telah diregenerasi dari pelarutnya dengan cara menyaring menggunakan alat saring ukuran 200 mesh atau disentrifuge;
 - c) mengeringkan katalis yang sudah direfluks dan disaring.
- 15 2. Katalis hasil regenerasi sesuai dengan klaim 1 dimana dihasilkan katalis yang mampu menghasilkan biodiesel lebih dari 90%.

Abstrak**METODE REGENERASI KATALIS MONMORILONIT KARBON SULFONAT UNTUK
PROSES PEMBUATAN BIODIESEL**

5

Invensi ini berhubungan dengan metode regenerasi asam padat pada proses produksi biodiesel. Lebih khusus invensi ini berhubungan dengan proses regenerasi katalis menggunakan pelarut organik dan pemanasan. Metode regenerasi katalis monmorilonit karbon sulfonat meliputi langkah-langkah: merefluks katalis monmorilonit karbon sulfonat yang telah mengalami deaktivasi dengan pelarut organik berupa alkohol (metanol atau etanol), aseton atau n-heksan dengan kondisi refluks dilakukan pada temperatur 40-80°C selama 30-60 menit; memisahkan katalis yang telah diregenerasi dari pelarutnya dengan cara menyaring atau disentrifuge; mengeringkan katalis yang sudah direfluks dan disaring. Hasil regenerasi dapat mengembalikan kinerja katalis lebih dari 90%.

20