



**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 : LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT - ITS  
Kampus ITS Sukolilo  
Surabaya 60111

Untuk Invensi dengan Judul : METODE PEMBUATAN BIODIESEL BERKUALITAS TINGGI DENGAN MENGGUNAKAN DUA TAHAP TRANSESTERIFIKASI

Inventor : Prof. Dr. Ir. Suprpto, DEA  
Jimmy, ST., MT.

Tanggal Penerimaan : 04 Oktober 2007

Nomor Paten : IDP000055727

Tanggal Pemberian : 11 Januari 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

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000055727 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL  
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 11 Januari 2019

(51) Klasifikasi IPC<sup>8</sup> : C 09F 5/08, C 11C 3/02

(21) No. Permohonan Paten : P00200700576

(22) Tanggal Penerimaan: 04 Oktober 2007

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

(43) Tanggal Pengumuman: 16 April 2009

(56) Dokumen Pemandang:  
US-4 303 590  
US-B2-6 642 399

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :  
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA  
MASYARAKAT - ITS  
Kampus ITS Sukolilo  
Surabaya 60111

(72) Nama Inventor :  
Prof. Dr. Ir. Suprpto, DEA, ID  
Jimmy, ST., MT., ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Ir. Kemisno

Jumlah Klaim : 2

1) Judul Invensi : METODE PEMBUATAN BIODIESEL BERKUALITAS TINGGI DENGAN MENGGUNAKAN DUA TAHAP  
TRANSESTERIFIKASI

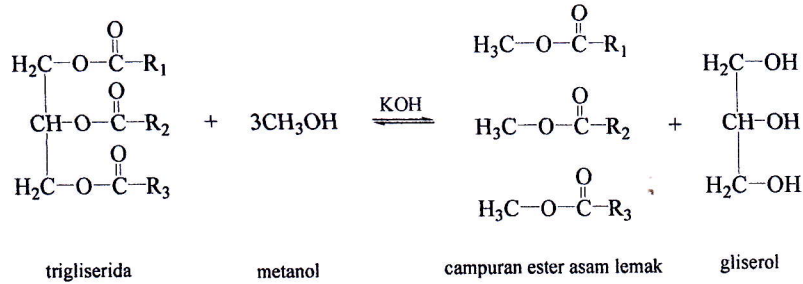
Abstrak :

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan biodiesel (metil ester asam lemak) berkualitas tinggi menggunakan dua tahap transesterifikasi, yang meliputi langkah-langkah berikut:

- a) esterifikasi asam lemak bebas menggunakan metanol dan asam sulfat;
  - b) memisahkan lapisan bawah (minyak dan metil ester) dan lapisan atas (metanol sisa dan asam sulfat) pada akhir proses esterifikasi;
  - c) transesterifikasi minyak hasil esterifikasi dengan reaksi alkoholisis tahap pertama menggunakan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk mentah biodiesel pertama dan gliserol; memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel pertama; transesterifikasi produk mentah biodiesel pertama dengan reaksi alkoholisis tahap kedua tanpa penambahan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk biodiesel kedua; memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel kedua.
- es perwujudan invensi ini, dihasilkan biodiesel dengan kadar metil ester di atas 99%.







Perbandingan stoikhiometri antara metanol dan trigliserida berdasarkan persamaan reaksi adalah 3:1. Feedman, et al (1984) mendapatkan kadar metil ester hanya 80% pada reaksi transesterifikasi selama 60 menit pada temperatur 60°C dengan perbandingan tersebut. Upaya menggeser kesetimbangan dilakukan dengan penambahan konsentrasi pereaksi metanol menjadi 6:1 terhadap trigliserida. Hasilnya menunjukkan kenaikan kadar metil ester mencapai sekitar 98%. Beberapa peneliti lainnya, seperti Supranto (2002), Darnoko, et al (2000), Chitra, et al (2005) melakukan penelitian serupa dengan bahan baku berbeda dan menghasilkan kecenderungan yang sama.

Invensi sebelumnya yang dikemukakan oleh Tanaka, et al (US Patent 4,303,590) adalah pembuatan alkil ester asam lemak dari minyak atau lemak dan alkohol rendah, yang menghasilkan produk berkualitas tinggi yang mengandung sejumlah kecil impurities berwarna. Metode invensi yang dilakukan adalah prinsip transesterifikasi dua tahap. Produk yang dihasilkan dari transesterifikasi tahap pertama dipisahkan dari produk samping yang berupa gliserol, kemudian dimasukkan ke dalam transesterifikasi tahap dua. Hasilnya dicuci dengan air untuk memindahkan impurities ke dalam air. Penambahan metanol (2,8-10,2 berbanding 1 terhadap minyak) dan katalis alkali (0,3-1,5%) dilakukan pada tahap satu dan dua dengan waktu reaksi total 35-180 menit dan temperatur 60-70°C untuk menghasilkan produk dengan kadar ester 98-99,5%.

Invensi ini menyediakan pembuatan alkil ester asam lemak dari minyak jarak pagar dan metanol, yang menghasilkan produk biodiesel berkualitas tinggi dengan kandungan metil ester

mencapai 99%, menggunakan transesterifikasi dua tahap dengan beberapa perubahan. Transesterifikasi dilakukan pada temperatur 30°C sehingga tidak memerlukan pemanasan seperti dikemukakan invensi sebelumnya, penambahan metanol dan katalis dilakukan hanya pada transesterifikasi pertama, dan kesetimbangan tercapai dalam waktu 20 menit.

### **Uraian Singkat Invensi**

10 Obyek yang dihasilkan invensi ini menyediakan metode yang lebih baik untuk menghasilkan biodiesel berkualitas tinggi menggunakan dua tahap transesterifikasi yang berjalan pada temperatur kamar (30°C) dalam waktu yang lebih singkat.

Metode pembuatan biodiesel (metil ester asam lemak) berkualitas tinggi dari minyak jarak pagar menggunakan dua tahap transesterifikasi, meliputi langkah-langkah berikut :

- 15 a) esterifikasi asam lemak bebas menggunakan metanol dan asam sulfat;
- b) memisahkan lapisan bawah (minyak dan metil ester) dan lapisan atas (metanol sisa dan asam sulfat) pada akhir proses esterifikasi;
- 20 c) transesterifikasi minyak hasil esterifikasi dengan reaksi alkoholisis tahap pertama menggunakan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk mentah biodiesel pertama dan gliserol;
- 25 d) memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel pertama;
- e) transesterifikasi produk mentah biodiesel pertama dengan reaksi alkoholisis tahap kedua tanpa penambahan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk
- 30 membentuk produk biodiesel kedua;
- f) memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel kedua;
- g) mencuci produk mentah biodiesel kedua dengan air sebanyak tiga kali;
- h) memisahkan biodiesel pada lapisan atas dan air pencuci pada
- 35 lapisan bawah.



### Uraian Lengkap Invensi

Bahan baku yang yang digunakan adalah biji jarak pagar kering yang diperoleh dari perkebunan di Malang Selatan. Biji jarak kering dengan kulitnya dihancurkan menjadi serbuk, kemudian dikukus untuk membuka pori-pori agar memudahkan difusi minyak. Setelah didinginkan, serbuk biji jarak ditekan menggunakan pengepres dengan tekanan dongkrak hidrolik 20 ton. Randemen minyak yang dihasilkan berkisar antara 10-20%. Minyak mentah yang dihasilkan diendapkan sampai semua kotoran padat mengendap, selanjutnya dilakukan penyaringan untuk memisahkan dari padatan yang belum mengendap. Untuk memisahkan *gum* yang kemungkinan terkandung dalam minyak jarak mentah, dilakukan proses *degumming*. Proses ini dilakukan dengan penambahan asam fosfat pekat sebanyak 0,1% dari berat minyak. Proses ini dilakukan pada temperatur 80°C dengan pengadukan sedang menggunakan pengaduk magnetik selama 30 menit. Selanjutnya minyak hasil *degumming* diendapkan selama 48 jam untuk mengendapkan *gum* dan disaring. Hasil pengamatan menunjukkan adanya endapan pada bagian dasar minyak dan minyak menjadi lebih jernih dan berwarna lebih muda.

Minyak jarak yang dihasilkan mempunyai kadar asam lemak bebas (FFA) 7,3% sehingga tidak memungkinkan dilakukan transesterifikasi secara langsung. Menurut Gerpen, et al (2004), bahan baku dengan kadar FFA tinggi (> 2%) seperti ini perlu diesterifikasi terlebih dahulu untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester. Proses esterifikasi ini memerlukan 2,25 gram metanol dan 0,05 gram asam sulfat pekat tiap gram FFA yang terkandung dalam minyak. Waktu reaksi yang diperlukan 1 jam dengan pengadukan pada temperatur 60-65°C. Tahapan ini menurunkan FFA sampai 2,1%. Pada perpanjangan waktu reaksi esterifikasi menjadi 2 jam, kadar FFA menjadi 1,5 %. Minyak hasil esterifikasi inilah yang digunakan sebagai bahan baku reaksi transesterifikasi.



Minyak jarak hasil esterifikasi dimasukkan dalam transesterifikasi pertama yang dilakukan dalam labu leher dua yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik dan kondensor berpendingin air. Pengadukan dilakukan agar terjadi kontak yang baik antara minyak dan metanol. Kondensor berpendingin air digunakan untuk mencegah penguapan metanol selama proses berlangsung. Pada tahap ini, dilakukan penambahan metanol dengan rasio terhadap minyak 6:1 dan katalis KOH sebanyak 1% dari berat minyak. Metanol dan katalis KOH dicampurkan terlebih dahulu sebelum dimasukkan ke dalam labu, agar dapat membentuk K-  
metoksida yang merupakan katalis yang lebih kuat. Setelah 10 menit, pengadukan dihentikan dan didiamkan selama 20 menit pada temperatur kamar untuk memisahkan gliserol yang terbentuk. Biodiesel hasil transesterifikasi pertama, yang masih mengandung metanol dan katalis sisa, diproses kembali dalam transesterifikasi kedua untuk mereaksikan minyak yang belum bereaksi. Gliserol yang masih terbentuk setelah transesterifikasi kedua, dipisahkan kembali. Biodiesel yang dihasilkan memiliki kadar metil ester di atas 99%

Penelitian pendukung menggunakan minyak jarak pagar sebagai bahan baku. Dua tahap transesterifikasi dilakukan dengan variasi waktu reaksi total (2, 4, 8, 20, 40, 60, 80 menit) yang dibagi rata dalam dua tahapan dengan waktu reaksi (1, 2, 4, 10, 20, 30, 40 menit) untuk masing-masing tahapan, temperatur reaksi (30, 45, 60°C). Bahan baku yang digunakan adalah minyak jarak pagar. Metanol sebanyak 0,9 mol dan katalis KOH sebanyak 1% dari berat minyak ditambahkan pada transesterifikasi pertama (rasio molar metanol dan minyak sebesar 6:1). Campuran metanol dan KOH dimasukkan ke dalam reaktor yang berisi minyak jarak. Setelah waktu reaksi tercapai, hasil reaksi diendapkan selama 20 menit. Biodiesel yang dihasilkan direaksikan lagi dalam transesterifikasi kedua. Hasilnya diuji kadar metil esternya seperti tertera pada tabel berikut :





**Klaim**

1. Metode pembuatan biodiesel (metil ester asam lemak) berkualitas tinggi menggunakan dua tahap transesterifikasi, yang meliputi langkah-langkah berikut:
- a) esterifikasi asam lemak bebas menggunakan metanol dan asam sulfat;
  - b) memisahkan lapisan bawah (minyak dan metil ester) dan lapisan atas (metanol sisa dan asam sulfat) pada akhir proses esterifikasi;
  - c) transesterifikasi minyak hasil esterifikasi dengan reaksi alkoholisis tahap pertama menggunakan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk mentah biodiesel pertama dan gliserol;
  - d) memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel pertama;
  - e) transesterifikasi produk mentah biodiesel pertama dengan reaksi alkoholisis tahap kedua tanpa penambahan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk biodiesel kedua;
  - f) memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel kedua.
2. Produk biodiesel yang dihasilkan dari metode yang disebutkan pada klaim 1 mengandung metil ester di atas 99%.

25

30

35

**Abstrak****5 METODE PEMBUATAN BIODIESEL BERKUALITAS TINGGI DENGAN MENGGUNAKAN  
DUA TAHAP TRANSESTERIFIKASI**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan biodiesel (metil ester asam lemak) berkualitas tinggi menggunakan dua  
10 tahap transesterifikasi, yang meliputi langkah-langkah berikut:

- a). esterifikasi asam lemak bebas menggunakan metanol dan asam sulfat;
- b). memisahkan lapisan bawah (minyak dan metil ester) dan lapisan atas (metanol sisa dan asam sulfat) pada akhir proses esterifikasi;  
15
- c). transesterifikasi minyak hasil esterifikasi dengan reaksi alkoholisis tahap pertama menggunakan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk mentah biodiesel pertama dan gliserol;
- 20 d). memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel pertama;
- e). transesterifikasi produk mentah biodiesel pertama dengan reaksi alkoholisis tahap kedua tanpa penambahan metanol dan katalis alkali pada temperatur 30°C selama 10 menit, untuk membentuk produk biodiesel kedua;
- 25 f). memisahkan gliserol dari produk mentah biodiesel kedua.

Dengan proses perwujudan invensi ini, dihasilkan biodiesel dengan kadar metil ester di atas 99%.

30

35