



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 14 Tahun 2001 tentang Paten, memberikan Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : UNIVERSITAS SURABAYA  
Jl. Ngagel Jaya Selatan 168,  
Surabaya, Jawa Timur  
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : PROSES PEMBUATAN BIODIESEL MELALUI REAKSI  
SIMULTAN OZONOLISIS DAN TRANSESTERIFIKASI

Inventor : Prof. Ir. Lieke Riadi, Ph.D  
Edy Purwanto, ST., M.Eng.Sc  
Aloysius Yuli Widiyanto, S.T., DEA  
Lie Hwa, ST,MT

Tanggal Penerimaan : 30 Oktober 2012

Nomor Paten : IDP000042875

Tanggal Pemberian : 03 Oktober 2016

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 8).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



00-2017-12592

a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA  
REPUBLIK INDONESIA  
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL  
u.b.

Direktur Paten, Desain Tata Letak  
Sirkuit Terpadu dan Rahasia Dagang,

Ir. Timbul Sinaga, M.Hum.  
NIP. 196202021991031001

**KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA RI**  
**DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL**  
**DIREKTORAT PATEN**

Jln. H.R. Rasuna Said, Kav. 8-9 Kuningan Jakarta Selatan 12940  
 Phone/Facs. (6221) 57906611, Website. www.dg.p.go.id

**INFORMASI BIAYA TAHUNAN**

Nomor Paten : IDP000042875 Tanggal diberi : 03/10/2016 Jumlah Klaim : 5  
 Nomor Permohonan : P00201200917 IPAS Filing Date : 30/10/2012  
 Entitlement Date : 30/10/2012

Berdasarkan Undang-undang No. 13 Tahun 2016 tentang Paten, dan Peraturan Pemerintah Nomor 45 tahun 2014 tentang Jenis dan Tarif Atas Jenis Penerimaan negara Bukan Pajak Yang Berlaku Pada Kementerian Hukum dan Hak Asasi Manusia, biaya tahunan yang harus dibayarkan adalah sebagaimana dalam tabel di bawah.

Biaya Tahunan Ke-	Periode Perlindungan	Batas Akhir Pembayaran	Biaya Dasar	Jml Klaim	Biaya Klaim	Total	Terlambat (Bulan)	Total Denda	Jumlah Pembayaran
1	30/10/2012-29/10/2013	02/04/2017	700.000	5	250.000	950.000	0	0	950.000
2	30/10/2013-29/10/2014	02/04/2017	700.000	5	250.000	950.000	0	0	950.000
3	30/10/2014-29/10/2015	02/04/2017	700.000	5	250.000	950.000	0	0	950.000
4	30/10/2015-29/10/2016	02/04/2017	1.000.000	5	500.000	1.500.000	0	0	1.500.000
5	30/10/2016-29/10/2017	02/04/2017	1.000.000	5	500.000	1.500.000	0	0	1.500.000
6	30/10/2017-29/10/2018	01/10/2017	1.500.000	5	750.000	2.250.000	0	0	2.250.000
7	30/10/2018-29/10/2019	01/10/2018	2.000.000	5	1.000.000	3.000.000	0	0	3.000.000
8	30/10/2019-29/10/2020	01/10/2019	2.000.000	5	1.000.000	3.000.000	0	0	3.000.000
9	30/10/2020-29/10/2021	01/10/2020	2.500.000	5	1.250.000	3.750.000	0	0	3.750.000
10	30/10/2021-29/10/2022	01/10/2021	3.500.000	5	1.750.000	4.750.000	0	0	4.750.000
11	30/10/2022-29/10/2023	01/10/2022	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
12	30/10/2023-29/10/2024	01/10/2023	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
13	30/10/2024-29/10/2025	01/10/2024	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
14	30/10/2025-29/10/2026	01/10/2025	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
15	30/10/2026-29/10/2027	01/10/2026	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
16	30/10/2027-29/10/2028	01/10/2027	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
17	30/10/2028-29/10/2029	01/10/2028	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
18	30/10/2029-29/10/2030	01/10/2029	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
19	30/10/2030-29/10/2031	01/10/2030	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000
20	30/10/2031-29/10/2032	01/10/2031	5.000.000	5	2.500.000	6.250.000	0	0	6.250.000

Biaya yang harus dibayarkan untuk pertama kali hingga tanggal 24/01/2017 (tahun ke-1 s.d 6) adalah sebesar 8.100.000

- Pembayaran biaya tahunan untuk pertama kali wajib dilakukan paling lambat 6 (enam) bulan terhitung sejak tanggal diberi paten
- Pembayaran biaya tahunan untuk pertama kali meliputi biaya tahunan untuk tahun pertama sejak tanggal penerimaan sampai dengan tahun diberi Paten ditambah biaya tahunan satu tahun berikutnya.
- Pembayaran biaya tahunan selanjutnya dilakukan paling lambat 1 (satu) bulan sebelum tanggal yang sama dengan Tanggal Penerimaan pada periode perlindungan tahun berikutnya.
- Penundaan pembayaran biaya tahunan dapat dilakukan dengan mengajukan surat permohonan untuk menggunakan mekanisme masa tenggang, diajukan paling lama 7 hari kerja sebelum tanggal jatuh tempo pembayaran biaya tahunan
- Dalam hal biaya tahunan belum dibayarkan sampai dengan jangka waktu yang ditentukan, Paten dinyatakan dihapus

## Deskripsi

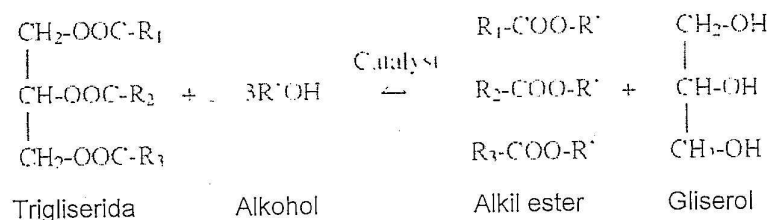
### PROSES PEMBUATAN BIODIESEL MELALUI REAKSI SIMULTAN OZONOLISIS DAN TRANSESTERIFIKASI

#### 5 Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan biodiesel (metil ester) dari minyak jelantah, lebih khusus lagi pembuatan biodiesel (metil ester) dari minyak jelantah ini dilakukan pada suhu ruang (30°C) menggunakan ozon melalui reaksi simultan ozonolisis dan transesterifikasi sehingga menghasilkan campuran  
10 beragam metil ester.

#### Latar Belakang Invensi

Biodiesel (alkil ester) merupakan bahan bakar pengganti solar. Alkil ester secara umum disintesa dari minyak nabati melalui reaksi transesterifikasi seperti  
15 digambarkan sebagai berikut:



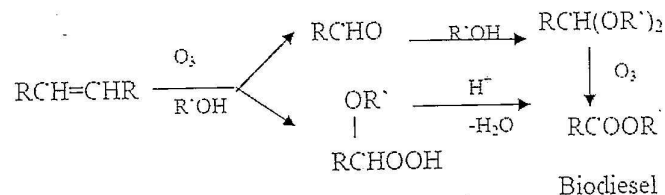
Bila digunakan alkohol pada reaksi transesterifikasi maka produk biodiesel yang diperoleh adalah dari jenis metil ester. Metil ester diperoleh dengan mereaksikan  
20 minyak nabati dan metanol dengan bantuan katalis menghasilkan produk biodiesel (metil ester) dan produk samping gliserol.

Selama ini produksi metil ester banyak diperoleh dari reaksi transesterifikasi menggunakan minyak nabati seperti minyak kelapa sawit, minyak biji jarak pagar, minyak biji bunga matahari, minyak kanola, minyak jagung,  
25 minyak kedelai dan minyak nyamplung. Penggunaan sumber minyak nabati sering menimbulkan perdebatan di dalam pemenuhannya dalam hal untuk kebutuhan pangan dan energi. Minyak jelantah merupakan minyak hasil pemrosesan

menggoreng merupakan bahan baku yang sangat potensial untuk bisa dijadikan sumber bahan baku pembuatan metil ester karena masuk dalam kategori minyak non-pangan.

Kondisi operasi reaksi transesterifikasi memegang peranan yang sangat penting pada pembentukan biodiesel. Kondisi operasi optimum yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah suhu reaksi 60°C, rasio mol minyak terhadap metanol 1:6 (Knothe et al., 2005). Bila digunakan alkohol lain (etanol dan butanol) membutuhkan suhu yang lebih tinggi yaitu 75°C dan 114°C. Suhu reaksi merupakan hal yang krusial pada sintesa biodiesel karena menyangkut suplai panas. Maka sintesa metil ester pada suhu ruang (30°C) menggunakan teknologi ozonolisis akan dapat mengurangi kebutuhan panas pada reaksi pembuatan metil ester.

Reaksi ozonolisis merupakan proses penambahan ozon sebagai media cracking gugus alkena untuk kemudian bereaksi dengan dengan bahan lain yang ditambahkan untuk menghasilkan produk yang diharapkan. Reaksi ini berjalan lambat sehingga membutuhkan katalis untuk mempercepat reaksi agar dapat digunakan secara komersil. Mekanisme reaksi ozonolisis secara umum dapat dilihat berikut.



20

Ozonolisis terhadap biodiesel metil soyate (metil ester minyak kedelai) menghasilkan produk metil ester yang lebih bervariasi dari hasil proses cracking ikatan rangkap yang terkandung dalam metil soyate (metil oleat, metil linoleat dan metil linolenat). Rasio mol metil soyate terhadap metanol sebesar 1:3 digunakan pada percobaan ini (Baber et al., 2005). Inovasi sebelumnya yang dilakukan oleh Fitchett et.al (Patent US 2005/0010069A1) adalah penggunaan ozonolisis dari minyak tidak jenuh untuk menghasilkan produk-produk yang sesuai untuk pembuatan resin.

25

Invensi ini menyediakan pembuatan metil ester dari minyak jelantah sebagai limbah menggunakan ozon, metanol dan katalis asam pada suhu ruang (30°C) yang terjadi dua reaksi secara simultan yaitu ozonolisis dan transesterifikasi yang menghasilkan produk biodiesel/metil ester yang lebih  
5 beragam.

### Uraian Singkat Invensi

Obyek yang dihasilkan invensi ini menyediakan proses untuk menghasilkan biodiesel melalui reaksi simultan ozonolisis dan transesterifikasi yang dilakukan  
10 pada suhu ruang (30°C). Proses pembuatan biodiesel menggunakan ozon melalui reaksi simultan ozonolisis dan transesterifikasi, konsentrasi ozon yang digunakan adalah sebesar 5,8 % mol selama 6 jam. Produk metil ester (biodiesel) rantai pendek yang merupakan hasil cracking ikatan rangkap adalah sebesar 23.74 % peak area yang diperoleh dari hasil GC-Mass Spectrophotometer. Pada proses ini  
15 dihasilkan produk metil ester campuran sebanyak 21 fraksi dengan total 42.72 % peak area, yang terdiri dari: metil heksanoat; 3,3-dimethoxy metil ester; metil heptanoat ; metil nonanoat; metil decanoat; metil heksadecanoat; metil 8-hidroksioktanoat; metil 8-formyloktanoat; metil undekanoat ; metil n-dodekanoat; dimetil nonanedoat; monometil nonanedoat; metil 3-hydroxydodekanoat; metil  
20 tridekanoat; metil 3-hidroksi oktadekanoat; metil-3-hidroksi heksadekanoat; metil tetradekanoat; metil heksadekanoat; metil stearat; metil arachidat; metil hidrazinekarbothioat.

### Urian Singkat Gambar

25 Agar invensi dapat dijelaskan sepenuhnya, maka perwujudan invensi akan diuraikan secara terperinci dengan mengacu pada gambar-gambar yang menyertai, dimana :

Gambar 1 memperlihatkan profil metil ester yang terbentuk dari proses pembuatan biodiesel dengan ozon, menggunakan analisa Gas Chromatography.

Gambar 2 memperlihatkan profil metil ester yang terbentuk dari proses pembuatan biodiesel dengan ozon, analisa menggunakan GC-Mass Spectrophotometer.

5 Gambar 3 memperlihatkan profil metil ester yang terbentuk dari proses pembuatan biodiesel tanpa ozon, analisa menggunakan GC-Mass Spectrophotometer.

### Uraian Lengkap Invensi

10 Seperti telah disebutkan sebelumnya bahwa invensi ini mengenai pembuatan metil ester dari minyak jelantah menggunakan ozon pada suhu ruang ( $30^{\circ}\text{C}$ ) dalam reaksi simultan ozonolisis dan transesterifikasi.

Proses pembuatan biodiesel dilakukan dalam reaktor batch, dimana reaktor tersebut dilengkapi dengan sistem pendingin, pengaduk, termokopel, dan sparger untuk masukan gas ozon. Tahapan proses pembuatan biodiesel dalam invensi 15 ini dilakukan sebagai berikut. Minyak goreng jelantah dianalisa untuk komposisi asam lemaknya yang terdiri dari asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh. Minyak goreng bekas yang digunakan masih memiliki kandungan asam lemak yang berikatan rangkap sebesar 49 % berat. Campuran minyak jelantah dan metanol dengan perbandingan mol ekuivalen 1: 5 dimasukkan bersama dengan 20 katalis asam sulfat 4 % berat ke dalam reaktor batch. Setelah itu gas ozon dialirkan masuk ke dalam reaktor dengan konsentrasi ozon dijaga pada kandungan 5.8 % mol. Gas ozon yang berlebih mengalir keluar reaktor menuju masuk kedalam sebuah kontainer yang berisi larutan Potassium Iodida untuk menangkap gas ozon berlebih tersebut. Reaksi dijalankan pada kondisi 25 isothermal , pada suhu ruang ( $30^{\circ}\text{C}$ ) selama 6 jam.

Sampel diambil tiap 30 menit untuk dianalisa kandungan methyl ester. Setelah reaksi selesai, generator ozon dimatikan dan dilakukan flushing dengan oksigen untuk membuang sisa gas ozon yang ada. Sample dinetralkan menggunakan sodium karbonat dan didekantasi dalam corong pemisah untuk 30 memisahkan metil ester dan komponen-komponen yang larut dalam air. Methyl ester yang sudah dipisahkan dicuci dengan air hangat untuk memisahkan methanol yang berlebih dan kontaminan-kontaminan yang masih ada sampai air

hasil cucian ber pH netral. Produk yang dihasilkan dikeringkan dengan magnesium sulfat anhydrous dan disaring. Produk biodiesel dianalisa untuk mengetahui komposisi metil ester.

Pada reaksi ozonolisis dan transesterifikasi seperti disebutkan diatas  
 5 diperoleh pemecahan ikatan rangkap dan konversi asam lemak ke metil ester dapat dilihat hasil GC seperti pada Gambar 1. Selain itu, produk metil ester (biodiesel) yang merupakan hasil cracking ikatan rangkap melalui reaksi ozonolisis dan transesterifikasi sebesar 23.74 % peak area yang diperoleh dari hasil GC-Mass Spectrophotometer yaitu -metil heksanoat; metil, 3-3-  
 10 dimethoxypropionat ; metil heptanoat; metil nonanoat, metil dekanooat; metil -4 - chlorooktanoat; metil azelaaldehidrat. Lebih banyaknya fraksi metil ester rantai pendek menghasilkan biodiesel menjadi lebih stabil.

Sementara itu, pada reaksi tanpa ozon tidak menghasilkan metil ester rantai pendek, karena pengamatan pada peak yang muncul hanya metil myristate,  
 15 metil palmitat, metil oleat, metil stearat yang merupakan hasil transesterifikasi saja dan bukan hasil ozonolisis, yang tampak pada gambar 3.

Pemecahan ikatan rangkap dari asam oleat dan linoleat menghasilkan metil heksanoat, metil oktanoat dan metil nonanoat. Ada 21 fraksi produk metil ester dengan total 42.72 % peak area yang terbentuk dari reaksi ozonolysis dan  
 20 transesterifikasi yang dapat dilihat pada Gambar 2. Fraksi produk metil ester yang terbentuk adalah : metil heksanoat; 3,3-dimethoxy metil ester; metil heptanoat ; metil nonanoat; metil decanoat; metil heksadecanoat; metil 8-hidroksioktanoat; metil 8-formyloktanoat; metil undekanoat ; metil n-dodekanoat; dimetil nonanedoat; monometil nonanedoat; metil 3-hydroxydodekanoat; metil  
 25 tridekanoat; metil 3-hidroksi oktadekanoat; metil-3-hidroksi heksadekanoat; metil tetradekanoat; metil heksadekanoat; metil stearat; metil arachidat; metil hidrazinekarbothioat.

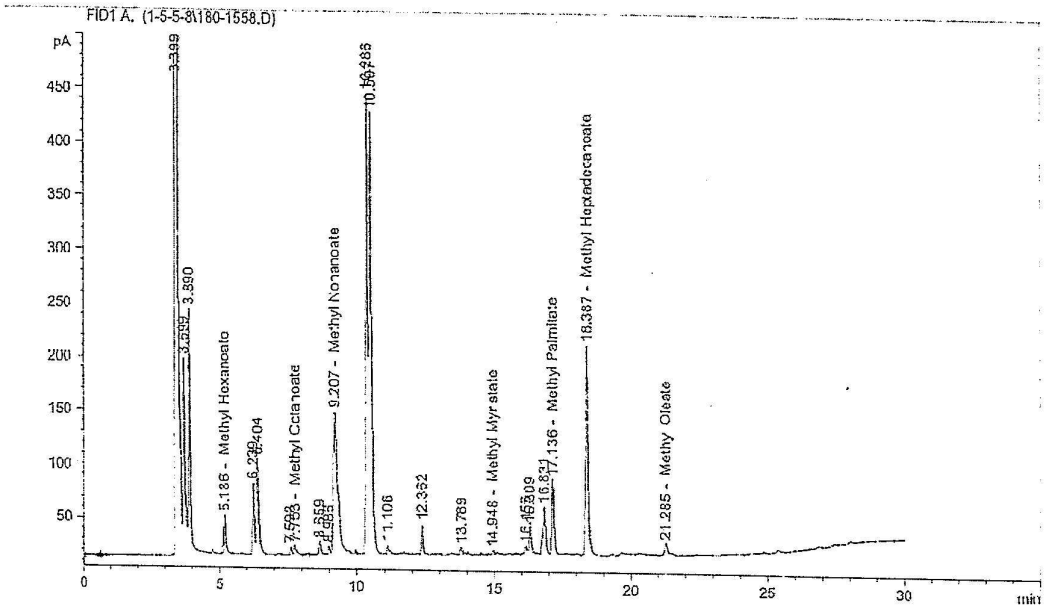
**Klaim**

1. Proses pembuatan biodiesel menggunakan ozon melalui reaksi simultan ozonolisis dan transesterifikasi dilakukan pada suhu ruang (30°C)
2. Proses pembuatan biodiesel menggunakan ozon melalui reaksi simultan ozonolisis dan transesterifikasi sesuai klaim 1, dimana konsentrasi ozon yang digunakan adalah sebesar 5,8 % mol selama 6 jam.
3. Sesuai klaim-klaim sebelumnya, produk metil ester (biodiesel) rantai pendek yang merupakan hasil cracking ikatan rangkap adalah sebesar 23.74 % peak area yang diperoleh dari hasil GC-Mass Spectrophotometer.
4. Sesuai klaim-klaim 1 dan 2, dihasilkan produk metil ester campuran sebanyak 21 fraksi dengan total 42.72 % peak area, yang terdiri dari: metil heksanoat; 3,3-dimethoxy metil ester; metil heptanoat ; metil nonanoat; metil decanoat; metil heksadecanoat; metil 8-hidroksioktanoat; metil 8-formyloktanoat; metil undekanoat ; metil n-dodekanoat; dimetil nonanedoat; monometil nonanedoat; metil 3-hydroxydodekanoat; metil tridekanoat; metil 3-hidroksi oktadekanoat; metil-3-hidroksi heksadecanoat; metil tetradekanoat; metil heksadecanoat; metil stearat; metil arachidat; metil hidrazinekarbothioat.

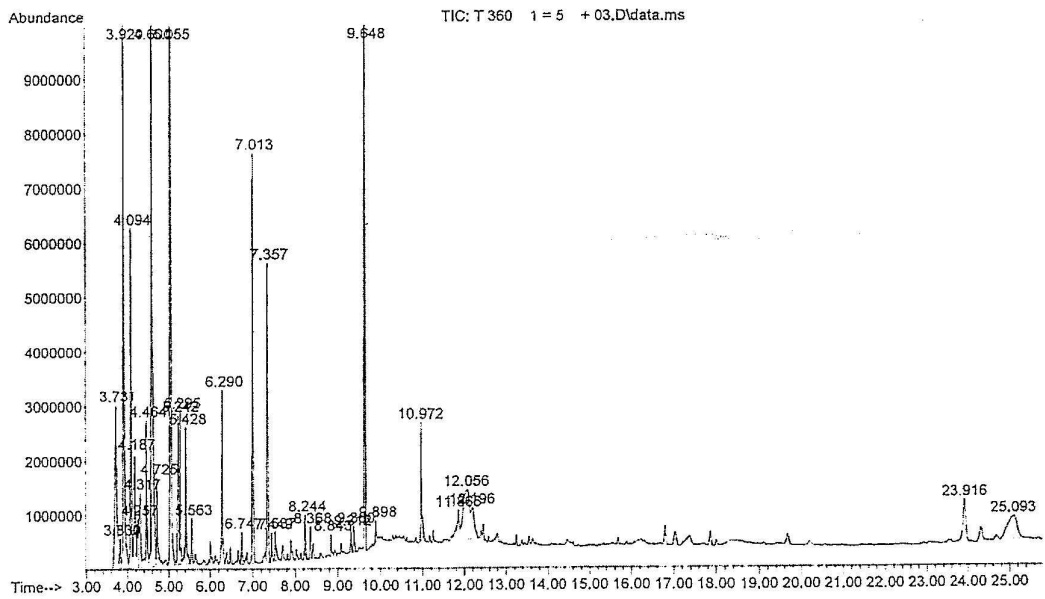


Abstrak**PROSES PEMBUATAN BIODIESEL MELALUI REAKSI SIMULTAN  
OZONOLISIS DAN TRANSESTERIFIKASI**

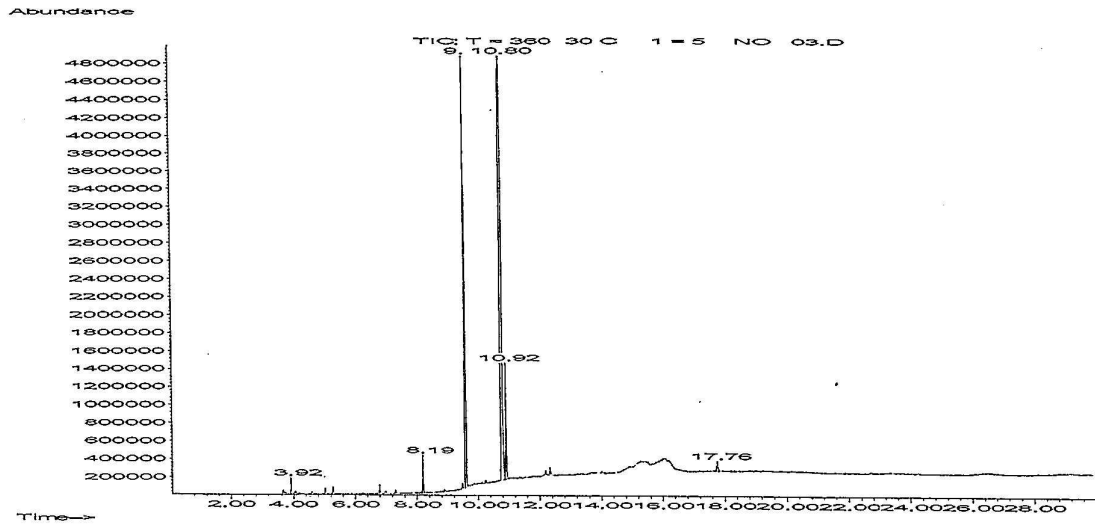
Pembuatan metil ester dari minyak jelantah yang merupakan limbah minyak goreng dilakukan secara simultan melalui reaksi ozonolisis dan transesterifikasi menggunakan ozon, metanol dan katalis asam pada suhu ruang ( $30^{\circ}\text{C}$ ). Campuran minyak jelantah dan metanol dengan perbandingan mol ekuivalen 1: 5 dimasukkan bersama dengan katalis asam sulfat 4 % berat ke dalam reaktor batch. Digunakan konsentrasi ozon sebesar 5.8 % mol, reaksi dijalankan pada kondisi isothermal, pada suhu ruang ( $30^{\circ}\text{C}$ ) selama 6 jam. Sesuai invensi ini dihasilkan produk metil ester (biodiesel) dengan rantai pendek (sebesar 23.74 % peak area) yang merupakan hasil cracking ikatan rangkap yang tidak ditemukan pada reaksi transesterifikasi.



Gambar 1.



Gambar 2.



Gambar 3.