

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000043099 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL  
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 21 Oktober 2016

(1) Klasifikasi IPC<sup>8</sup> : C 07B 45/00, C 10L 1/00

(2) No. Permohonan Paten : P00201100940

(3) Tanggal Penerimaan: 16 Desember 2011

Data Prioritas :

(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(4) Tanggal Pengumuman: 25 Juli 2013

(5) Dokumen Pemandang:

(6) A1-2001/0037598

(7) 448 587

(8) 454 842


(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :  
LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT  
Jl. Brigjen Hasan Basry, Kayu Tangi,  
Banjarmasin-Kalimantan Selatan  
INDONESIA

(72) Nama Inventor :  
Abdullah, S.Si., M.Si, ID  
Ahmad Budi Junaidi, S.Si., M.Si, ID  
Doni Rahmat Wicakso, ST., MT, ID  
Abdul Gofur, ST., MT, ID

Pemeriksa Paten : Ir. Kemisno

Jumlah Klaim : 2

(10) Judul: METODE PEMBUATAN *CETANE IMPROVER* BERBAHAN MINYAK JARAK PAGAR (*JATHROPA CURCAS OIL*)



...hubungan dengan metode pembuatan *cetane improver* berbahan baku minyak Jarak Pagar, dimana produk yang ...  
...meningkatkan nilai angka setana dari minyak diesel.  
...*cetane improver* berbahan baku minyak Jarak Pagar ini meliputi langkah-langkah berikut: Metode pembuatan ...  
...baku minyak Jarak Pagar (*Jathropa Curcas Oil*) dilakukan melalui langkah-langkah berikut: menambahkan asam ...  
...*Jathropa Curcas Oil* sebanyak 0,08% (b/b); memanaskan campuran minyak Jarak Pagar dan asam fosfat pada temperatur ...  
...menetralisasi campuran minyak Jarak Pagar dan asam fosfat dengan menambahkan akuades 500 mL dan ...  
...masukkan campuran dari tahap c) ke dalam corong pemisah dan didiamkan selama 24 jam; menampung lapisan ...  
...*Jathropa Curcas Oil*; menambahkan metanol dan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat sebanyak 0,4% (v/v) ke dalam minyak Jarak Pagar ...  
...memanaskan minyak Jarak Pagar pada temperatur 60°C selama 45 menit, sambil melakukan pengadukan dengan ...  
...masukkan larutan katalis KOH 1,0% (b/b) ke dalam minyak Jarak Pagar dan memanaskan pada temperatur 60°C ...  
...diaduk dengan kecepatan 300 rpm; mendinginkan campuran reaksi sampai 50°C, memasukkan ke dalam corong ...  
...kemudian memisahkan campuran selama 30 menit dan selanjutnya memisahkan lapisan atas dengan lapisan bawah; mendistilasi ...  
...suntikkan metanol dengan hasil dari tahap h); mencuci hasil dari tahap h) dengan 1500 mL akuades hingga ...  
...netral; mengeringkan hasil tahap k) pada temperatur 105 – 110 °C sampai diperoleh berat konstan; menitrasi hasil tahap l) ...  
...gunakan pereaksi berupa HNO<sub>3</sub> (2-10 mol), dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1-4 mol); memanaskan hasil nitration tahap m) pada ...  
...temperatur 40 °C selama reaksi 5-8 jam; memurnikan produk hasil nitration dengan ekstraksi menggunakan heksana, dilanjutkan ...  
...dengan larutan metanol hingga pH netral.



## Deskripsi

### **METODE PEMBUATAN *CETANE IMPROVER* BERBAHAN BAKU MINYAK JARAK PAGAR (*JATHROPA CURCAS OIL*)**

5

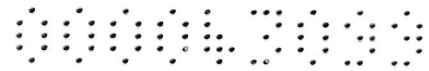
#### **Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan *cetane improver* berbahan baku minyak jarak yang mampu meningkatkan nilai angka setana dari minyak diesel.

#### **Latar Belakang Invensi**

*Cetane improver* dapat dibuat dengan mereaksikan metil ester dengan asam nitrat melalui proses nitrasi (Carmen, 1998; Suppes et al., 1999; Nasikin et al., 2002; Cainora et al., 2006), sedangkan metil ester dapat dibuat dari minyak Jarak melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi (Mittelbach & Remscmidt, 2004; Vyas et al., 2010). Dengan proses nitrasi, jumlah atom oksigen pada molekul komponen metil ester menjadi bertambah. Dengan demikian metil ester menjadi kaya akan atom oksigen yang sangat diperlukan dalam kesempurnaan proses pembakaran.

Pada senyawa hasil nitrasi metil ester, gugus  $\text{NO}_2$  ataupun  $\text{NO}_3$  yang terdapat pada molekul senyawa hasil nitrasi melekat pada atom karbon rangkap 2 melalui mekanisme adisi elektrofilik. Dengan demikian semakin banyak ikatan rangkap 2 pada molekul komponen metil ester, semakin besar pula kemungkinan untuk terjadinya proses nitrasi. Atas dasar ini maka metil ester yang berasal dari minyak Jarak Pagar memiliki potensi yang sangat baik jika digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan *cetane improver*. Selain itu, ketersediaannya cukup melimpah dan tidak bersaing dengan kebutuhan pangan.



Patent US 20010037598A1 mengungkapkann pembuatan *cetane improver* berbahan baku minyak kedelai. Pada pembuatan *cetane improver* ini, mula-mula trigliserida dihidrolisis menjadi asam lemak atau ditransesterifikasi menjadi metil ester. Asam lemak maupun metil ester yang dihasilkan kemudian dihidrasi untuk mendapatkan alkohol sekunder. Alkohol kemudian dinitrasi menggunakan pereaksi  $N_2O_5$ . Zat aditif yang dihasilkan mampu menurunkan waktu penundaan nyala (*ignition delay time*) minyak diesel. Selain itu juga dilaporkan bahwa penambahan aditif sebesar 250 ppm mampu meningkatkan nilai angka setana minyak diesel dari 37,3 menjadi 38,2. Sementara itu menurut Carmen (1998) aditif berbahan baku minyak kedelai memberikan efek pelumasan (*lubricity*) dan pembersihan (*detergency*) dalam ruang pembakaran. Namun demikian, pembuatan *cetane improver* dengan metode ini memerlukan banyak tahapan. Metil ester terlebih dahulu harus dihidrasi sebelum melakukan proses nitrasi.

Pembuatan *cetane improver* juga dapat dilakukan dengan bahan baku minyak kelapa (Nasikin *et al.*, 2002). Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk nitrasi yang dihasilkan mampu meningkatkan angka setana minyak diesel (solar) dari 44,68 menjadi 48,21. Angka setana sebesar 48,21 tersebut setara dengan nilai angka setana biosolar B20 (campuran 80% solar dengan 20% biodiesel). Pada pembuatan *cetane improver* dengan metode ini, tahapan lebih singkat karena nitrasi langsung dilakukan pada metil ester tanpa melakukan hidrasi terlebih dahulu. Namun demikian, metode ini menggunakan minyak kelapa sebagai bahan baku. Penggunaan minyak kelapa sebagai bahan baku akan dapat menimbulkan masalah karena merupakan salah satu kebutuhan pangan.

Pada invensi ini bahan baku yang digunakan adalah minyak Jarak Pagar (*Jathropa Curcas Oil*). Penggunaan minyak Jarak Pagar sebagai bahan baku didasarkan pada kenyataan bahwa komponen



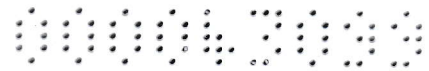
utama penyusun minyak tersebut berupa asam oleat, linoleat dan linolenat dimana molekul-molekul tersebut memiliki ikatan rangkap 2 yang mudah mengalami reaksi nitrasi. Reaksi nitrasi dilakukan dengan menggunakan campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebagai pereaksi.

Pada pembuatan *cetane improver* ini, terlebih dahulu minyak Jarak Pagar dimurnikan dengan cara *degumming* dan netralisasi, kemudian dikonversi menjadi metil ester. Selanjutnya metil ester direaksikan dengan campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Asam nitrat yang digunakan mulai dari 2-10 mol, dan lebih disukai 2 mol. Asam nitrat yang digunakan mulai dari 1-4 mol, dan lebih disukai 2 mol. Reaksi nitrasi dilakukan pada rentang temperatur  $10-40^\circ\text{C}$ , dan lebih disukai pada temperatur  $10-20^\circ\text{C}$ . Waktu reaksi nitrasi 4-8 jam, dan lebih disukai 6 jam.

Hasil pengujian menunjukkan bahwa *cetane improver* (aditif) yang dihasilkan memiliki karakteristik sebagai berikut : berat jenis 0,856 (mg/ml), viskositas 14,23 ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ), bilangan asam 0,84 (mg KOH/g), bilangan iod 28,19 (g  $\text{I}_2/100$  g) dan kadar N total 0,52 (b/b). Penambahan aditif pada minyak diesel (solar) memberikan nilai flash point sebesar 69, yaitu sama dengan nilai flash point solar tanpa penambahan aditif. Selain itu, penambahan aditif pada minyak solar terbukti mampu meningkatkan nilai angka setana minyak diesel (solar) dari 46,3 menjadi 47,1 dan 48,8 pada penambahan aditif masing-masing sebanyak 0,1% dan 0,5% (v/v). Selanjutnya pada pengujian aditif yang dilakukan secara *road test*, dapat diketahui bahwa penambahan aditif sebanyak 0,5% pada minyak diesel terbukti mampu menghemat penggunaan minyak solar sebesar 10,4% (v/v).

### 30 **Uraian Singkat Invensi**

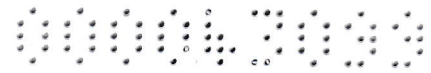
Obyek yang dihasilkan invensi ini berupa metode pembuatan *cetane improver* berbahan baku minyak Jarak Pagar, dimana produk



yang dihasilkan terbukti mampu meningkatkan nilai angka setana dari minyak diesel yang digunakan.

Sasaran dari invensi ini adalah metode pembuatan *cetane improver* berbahan baku minyak Jarak Pagar (*Jathropa Curcas Oil*) terdiri dari tahapan sebagai berikut:

- a) menambahkan asam phospat sebanyak 0,08% (b/b) pada 300 mL minyak Jarak pagar;
- b) memanaskan campuran minyak Jarak Pagar dan asam phospat pada temperatur 70-80°C, selama 10 menit;
- c) menetralisasi campuran minyak Jarak Pagar dan asam phospat dengan menambahkan akuades 500 mL dan 0,8 mL KOH 0,1 N;
- d) memasukkan campuran dari tahap c) ke dalam corong pemisah dan didiamkan selama 24 jam;
- e) menampung lapisan atas yang berupa minyak jarak Pagar;
- f) menambahkan metanol dan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat sebanyak 0,4% (v/v) ke dalam minyak Jarak Pagar yang diperoleh dari e);
- g) memanaskan minyak Jarak Pagar pada temperatur 60°C selama 45 menit, sambil melakukan pengadukan dengan kecepatan 300 rpm;
- h) memasukkan larutan katalis KOH 1,0% (b/b) ke dalam minyak Jarak Pagar dan memanaskan pada temperatur 60°C selama 30 menit, sambil diaduk dengan kecepatan 300 rpm;
- i) mendinginkan campuran reaksi sampai 50°C, memasukkan ke dalam corong pemisah, kemudian mendiamkan campuran selama 30 menit dan selanjutnya memisahkan lapisan atas dengan lapisan bawah;
- j) mendistilasi lapisan atas untuk memisahkan metanol dengan hasil dari tahap h);
- k) mencuci hasil dari tahap h) dengan 1500 mL akuades hingga diperoleh pH netral.



- l) menguapkan hasil tahap k) pada temperatur 105 - 110 °C sampai diperoleh berat konstan;
- m) menitrasi hasil tahap l) dengan menggunakan campuran pereaksi berupa HNO<sub>3</sub> (2-10 mol), dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1-4 mol);
- 5 n) memanaskan hasil nitrasi tahap m) pada temperatur 10-40 °C dan waktu reaksi 5-8 jam;
- o) memurnikan produk hasil nitrasi dengan ekstraksi menggunakan heksana, dilanjutkan dengan pencucian menggunakan akuades hingga pH netral.

10

### **Uraian Singkat Gambar**

Gambar 1 merupakan suatu spektra FTIR dari metil ester setelah mengalami proses nitrasi.

15

Gambar 2 merupakan suatu spektra FTIR dari metil ester

Gambar 3 merupakan hasil uji efisiensi thermal dari hasil pembakaran solar dan berbagai formulasi

Gambar 4 merupakan hasil uji BSFC dari hasil pembakaran solar dan berbagai formulasi

20

Gambar 5 merupakan hasil uji smoke dari hasil pembakaran solar dan berbagai formulasi pada 2200 rpm

### **Uraian Lengkap Invensi**

Pemurnian minyak Jarak Pagar

25

Tiga ratus mililiter minyak jarak ditambah dengan 500 mL akuades, kemudian dipanaskan pada temperatur 70-80°C selama 10 menit sambil diaduk. Campuran kemudian dimasukkan dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam. Lapisan atas ditampung dalam gelas beaker, kemudian dipanaskan pada temperatur 90-100°C sambil ditambahkan larutan asam fospat sebanyak 0,08% (b/b) dan diaduk selama selama 10 menit. Pemanasan dihentikan dan selanjutnya ke dalam campuran ditambahkan akuades sebanyak 500 mL dan 1,5 mL KOH 0,1 N untuk netralisasi. Campuran hasil netralisasi kemudian

30



dimasukkan dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam. Lapisan atas ditampung dalam gelas beaker dan siap digunakan untuk tahap selanjutnya.

#### 5 Pembuatan Metil Ester

Pembuatan metil ester pada invensi ini dilakukan dengan cara 2 tahap, yaitu esterifikasi dan transesterifikasi. Esterifikasi dilakukan dengan katalis asam, sementara transesterifikasi menggunakan katalis basa. Mula-mula sebanyak 10 100 mL minyak Jarak direaksikan dengan metanol 12,6 mL, dengan bantuan katalis  $H_2SO_4$  pekat sebanyak 0,4% (v/v). Reaksi dilakukan pada temperatur  $60^\circ C$  selama 45 menit, sambil diaduk dengan pengaduk tegak berkecepatan 300 rpm. Setelah reaksi esterifikasi selesai kemudian dilanjutkan dengan reaksi transesterifikasi.

15 Transesterifikasi dimulai dengan memasukkan larutan katalis (1 gram KOH dalam 10 mL metanol). Pemanasan dihentikan setelah 30 menit, campuran reaksi didinginkan sampai  $50^\circ C$ , lalu dimasukkan ke dalam corong pisah dan dibiarkan 30 menit. Setelah itu lapisan bawah dikeluarkan sehingga tersisa lapisan atas.

20 Sisa metanol pada lapisan atas diuapkan dengan cara distilasi. Selanjutnya residu (metil ester) dimasukkan dalam gelas beaker dan ditambah dengan 100 mL akuades dan larutan  $H_3PO_4$  0,5% sebanyak 1,5 mL hingga diperoleh pH lapisan air netral. Selanjutnya campuran dimasukkan dalam corong pisah dan lapisan 25 airnya dibuang. Pencucian dilanjutkan sebanyak 2 kali dengan 100 mL akuades, kemudian dipanaskan pada temperatur  $105 - 110^\circ C$  sampai diperoleh berat konstan.

#### Nitrasi Metil Ester

30 Nitrasi dilakukan dengan cara menambahkan (1 mol) metil ester secara perlahan (bertetes-tetes) ke dalam campuran asam sulfat (1 mol) dan asam nitrat (2 mol) yang berada dalam