

REPUBLIC 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 : UP2P FTI UNIVERSITAS JAYABAYA
Jl. Pulomas Selatan Kav. 23
Jakarta Timur 13210

Untuk Inovasi dengan Judul : METODE PEMBUATAN DIKLOROPROPANOL DARI GLISEROL

Inventor : Ir. Herlianti, MT
Yeti Widyawati
DR. Erdawati
Ir. Lubena, MT

Tanggal Penerimaan : 30 November 2012

Nomor Paten : IDP000079467

Tanggal Pemberian : 21 Oktober 2021

Pelindungan Paten untuk inovasi 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 inovasi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA,
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL,
u.b.
Direktur Paten, Desain Tata Letak Sirkuit Terpadu dan
Rahasia Dagang



Drs. YASMON, M.L.S.
NIP. 196805201994031002

Deskripsi

METODE PEMBUATAN DIKLOROPROPANOL DARI GLISEROL

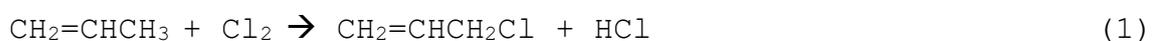
5 **Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berkaitan dengan metode pembuatan dikloropropanol dari limbah gliserol yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan epiklorohidrin.

10 **Latar Belakang Invensi**

Dikloropropanol merupakan produk kimia antara yang sangat penting karena merupakan bahan baku utama pembuatan epiklorohidrin. Epiklorohidrin itu sendiri adalah bahan aditif untuk pembuatan resin epoksi yang dapat diaplikasikan pada industri otomotif dan alat-alat elektrik rumah tangga.

Invensi sebelumnya yang dikemukakan oleh Kubicek dkk pada paten WO 2005/021476 mengungkapkan suatu pembuatan dikloropropanol melalui proses klorinasi propilen seperti pada reaksi 1 dan 2.



Namun demikian, teknologi di atas mempunyai banyak kekurangan yaitu memerlukan energi yang tinggi karena reaksi berlangsung pada suhu lebih dari 300°C, menggunakan gas klorin sehingga menghasilkan limbah HCl yang berbahaya bagi lingkungan dan, menggunakan sumber bahan baku propilen yang tidak terbarukan.

Invensi ini menggunakan gliserol sebagai bahan baku pembuatan dikloropropanol. Gliserol yang digunakan adalah hasil samping pembuatan biodiesel sehingga tersedia

melimpah. Menurut Indofuel, limbah gliserol yang dihasilkan per tahun lebih dari 80.000 ton.

Invensi ini memberikan kontribusi terhadap alternatif teknologi proses pembuatan dikloropropanol dari limbah gliserol hasil samping pembuatan biodiesel.

Uraian Singkat Invensi

Tujuan invensi ini adalah untuk menyediakan suatu dikloropropanol dari limbah gliserol yang merupakan hasil samping produk biodiesel. Dikloropropanol yang dihasilkan sesuai dengan invensi ini adalah 1,3-dikloropropanol yang dapat digunakan untuk bahan baku pembuatan epiklorohidrin. Epiklorohidrin itu sendiri adalah bahan aditif untuk pembuatan resin epoksi yang dapat diaplikasikan pada industri otomotif dan alat-alat elektrik rumah tangga.

Tujuan invensi ini dapat dicapai dengan menyediakan metode pembuatan dikloropropanol dengan reaksi hidroklorinasi melalui tahapan-tahapan sebagai berikut:

- a. memurnikan gliserol dari limbah biodiesel dengan distilasi untuk menghasilkan kandungan gliserol menjadi 98% (berat/berat) yang kemudian diukur sebanyak 50 mL (0,683 mol);
- b. mereaksikan gliserol dengan asam klorida 37% (v/v) dengan kisaran sebanyak 330 mL (10,76 mol) sampai 670 mL (21,84 mol) menggunakan katalis asam karboksilat yang dipilih dari asam asetat, asam propionat dan asam malonat sebanyak 10 % (mol/mol) dari total campuran, kemudian memanaskan campuran hingga mencapai suhu reaksi dalam kisaran suhu 80 sampai 120°C dan tekanan 1 atmosfer selama 3 jam dalam reaktor *batch* berpengaduk untuk menghasilkan larutan 1,3-dikloropropanol, air dan reaktan yang tidak bereaksi;

- c. mengkondensasi produk hasil reaksi yang terdiri dari reaktan yang tidak bereaksi, 1,3-dikloropropanol, dan air melalui kondesor horizontal yang dipasang pada bagian atas reaktor untuk memisahkan air yang terdapat dalam campuran; dan
- 5 d. menganalisis campuran yang telah dipisahkan airnya menggunakan *gas chromatography MS* untuk mengetahui hasil kemurnian dari 1,3-dikloropropanol.

10 **Uraian Lengkap Invensi**

Invensi ini meliputi pembuatan dikloropropanol yaitu 1,3-dikloropropanol dengan hidroklorinasi gliserol 98% (v/v) dan hydrogen klorida 37% (v/v) menggunakan katalis asam karboksilat yaitu asam asetat, asam propionat dan asam malonat.

15

Reaksi hidroklorinasi berlangsung di dalam sebuah reaktor batch pada tekanan 1 atmosfer dan kisaran suhu 80 sampai 120°C, uap air yang terbentuk selama reaksi dipisahkan dengan kondesor yang dipasang pada bagian atas reaktor. Pemisahan air diperlukan agar reaksi kesetimbangan bergeser kearah pembentukan produk. Untuk keperluan lebih lanjut, dikloropropanol dapat dipisahkan dari campuran produk, yang terdiri dari sedikit air, katalis dan asam klorida yang tidak bereaksi, menggunakan distilasi. Dikloropropanol dapat digunakan sebagai bahan baku untuk pembuatan bahan kimia lainnya.

20

25

Pada invensi ini, didapatkan pengaruh beberapa katalis asam karboksilat terhadap selektifitas dikloropropanol yaitu 1,3-Dikloropropanol terhadap isomer yang lain. Asam karboksilat yang digunakan adalah: asam asetat, asam propionat dan asam malonat. Invensi ini menemukan bahwa diantara ketiga jenis katalis asam karboksilat disebutkan di atas, katalis asam malonat memberikan performa terbaik

30

terhadap persen selektivitas dikloropropanol seperti dapat di lihat pada Tabel 1 berikut ini:

5 Tabel 1. Efek Jenis Katalis terhadap selektifitas 1,3-Dikloropropanol

Jenis Katalis	Jumlah katalis (g)	Selektivitas terhadap 1,3-Dikloropropanol selama 3 jam (%)
Asam Propionat	15.84	28.9617
Asam Malonat	16.19	44.3355
Asam Asetat	15.73	13.9498

Pada invensi ini diperoleh bahwa rasio mol terbaik antara gliserol 98% (v/v) dan asam klorida 37% (v/v) adalah pada 1:28 seperti diperlihatkan pada Tabel 2.

10

Tabel 2. Efek mol rasio asam klorida 37% terhadap gliserol pada konversi gliserol dan selektivitas 1,3-dikloropropanol

Rasio Mol HCl terhadap Gliserol	Konversi	Selektivitas
	%	%
16	89.0167	46.0251
20	89.6323	51.7391
24	89.7620	54.3131
28	95.9825	95.4167
32	91.9003	88.2353

15

Pada invensi ini digunakan kondisi reaksi pada kisaran suhu 80 sampai 120 °C, Tabel 3 memperlihatkan bahwa suhu terbaik untuk metode ini adalah pada 110°C.

Tabel 3. Efek Suhu pada *yield* 1,3-Dikloropropanol

T °C	Fraksi <i>yield</i>
80	0.0987
90	0.2574
100	0.2576
110	0.3637
120	0.3260

Klaim

1. Metode pembuatan dikloropropanol dengan reaksi hidroklorinasi dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:
 - 5 a. memurnikan gliserol dari limbah biodiesel dengan distilasi untuk menghasilkan kandungan gliserol menjadi 98% (v/v) kemudian diukur sebanyak 50 mL (0,683 mol);
 - 10 b. mereaksikan gliserol dengan asam klorida 37% (v/v) dengan kisaran sebanyak 330 mL (10,76 mol) sampai 670 mL (21,84 mol) menggunakan katalis asam karboksilat sebanyak 10 % (mol/mol) dari total campuran, kemudian memanaskan hingga mencapai suhu reaksi dalam kisaran suhu 80 sampai 120°C dan tekanan 1 atmosfer selama 3 jam dalam reaktor *batch* berpengaduk untuk menghasilkan larutan 1,3-dikloropropanol, air dan reaktan yang tidak bereaksi;
 - 15 c. mengkondensasi produk hasil reaksi yang terdiri dari reaktan yang tidak bereaksi, 1,3-dikloropropanol, dan air melalui kondesor horizontal yang dipasang pada bagian atas reaktor untuk memisahkan air yang terdapat dalam campuran;
 - 20 dan
 - 25 d. menganalisis campuran yang telah dipisahkan airnya menggunakan *gas chromatography MS* untuk mengetahui hasil kemurnian dari 1,3-dikloropropanol.
- 30 2. Metode pembuatan dikloropropanol dengan reaksi hidroklorinasi sesuai dengan Klaim 1, dimana katalis asam karboksilat yang digunakan adalah asam asetat, asam propionat dan asam malonat.

Abstrak**METODE PEMBUATAN DIKLOROPROPANOL DARI GLISEROL**

5 Invensi ini mengungkapkan suatu metode pembuatan 1,3-
dikloropropanol melalui hidroklorinasi gliserol 98 % (v/v)
dan asam klorida cair 37 % (v/v) berlangsung pada reaktor
batch berpengaduk dengan bantuan katalis asam karboksilat.
Kondisi operasi yang digunakan pada metode ini adalah
10 tekanan 1 atmosfer dan suhu pada kisaran 80 sampai 120°C
dengan menambahkan katalis sebesar 10 persen (mol/mol) dari
total campuran yang diumpankan ke dalam reaktor. Untuk
memisahkan air yang terbentuk sebagai hasil reaksi dipasang
kondensor pada bagian atas reaktor agar kesetimbangan
15 reaksi bergeser ke kanan.