



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 : UP2P FTI UNIVERSITAS JAYABAYA
Jalan Pulomas Selatan
Kav. 23 Jakarta 13210
INDONESIA

Untuk Inovasi dengan Judul : METODE PEMBUATAN EPIKLOROHIDRIN SECARA *IN-SITU*

Inventor : Herliati
Yeti Widyawati

Tanggal Penerimaan : 28 Desember 2016

Nomor Paten : IDP000079480

Tanggal Pemberian : 22 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 EPIKLOROHIDRIN SECARA *IN-SITU*

5 **Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berkaitan dengan metode pembuatan epiklorohidrin dengan teknologi *in-situ* dari limbah gliserol hasil produksi biodiesel. Epiklorohidrin dapat digunakan sebagai bahan baku pada industri resin epoksi.

10

Latar Belakang Invensi

Epiklorohidrin merupakan produk kimia yang sangat penting karena merupakan bahan baku utama pembuatan resin epoksi. Resin epoksi adalah bahan baku untuk pembuatan cat otomotif dan alat-alat listrik rumah tangga.

15

Invensi sebelumnya dengan nomer US 8,481,765B2 menjelaskan proses pembuatan epiklorohidrin melalui jalur alil klorida. Proses ini menggunakan hidrogen peroksida sebagai bahan baku dan reaksi berlangsung pada suhu tinggi.

20

Metode alil klorida berlangsung dalam dua reaktor yaitu: pada reaktor pertama hidrogen peroksida dikoversi menjadi dikloropropanol dan selanjutnya dikloropropanol direaksikan dengan larutan basa NaOH atau $\text{Ca}(\text{OH})_2$ untuk menjadi epiklorohidrin pada reaktor yang lainnya. Teknologi ini mempunyai kelemahan yaitu menghasilkan limbah klorin yang banyak dan investasi yang tinggi.

25

Invensi sejenis mengenai pembuatan epiklorohidrin juga disebutkan pada paten nomer WO2014064127A1 yang mengungkapkan epiklorohidrin dari reaksi diklorohidrin dengan larutan basa. Permasalahan yang sama yaitu hasil samping klorin masih menjadi kelemahan teknologi ini.

30

Invensi terdahulu lainnya ditemukan oleh Nagato dkk dengan nomer paten US 4,634,784 A, invensi mengungkapkan

epiklorohidrin dengan mereaksikan alil alkohol dengan klorin pada tekanan 10 atmosfer. Meskipun hasil yang diperoleh cukup tinggi yaitu sebesar 95%, namun reaksi samping safonifikasi tidak dapat dihindarkan. Sehingga proses pemisahan sabun yang terbentuk memerlukan tambahan alat pemisahan yang signifikan meningkatkan biaya investasi. Kelemahan yang lain dari invensi ini adalah digunakan kondisi tekanan yang tinggi sehingga dapat meningkatkan faktor resiko dalam proses secara keseluruhan.

10 Invensi yang lain terdapat di aplikasi paten Eropa dengan nomor EP 0 2476 770 A1, yang mengungkapkan epiklorohidrin dengan perbaikan perlakuan atas invensi-
15 invensi sebelumnya. Limbah klorin yang dihasilkan didaur ulang dan digunakan kembali sebagai bahan baku. Namun demikian, invensi tersebut masih mempunyai beberapa kelemahan yaitu dibutuhkan waktu reaksi yang lama serta investasi masih menjadi persoalan yang besar. Disamping itu, oleh karena tidak semua dikloropropanol yang dihasilkan pada reaktor pertama dapat dipulihkan seluruhnya
20 sebelum direaksikan dengan larutan basa pada reaktor kedua untuk menghasilkan produk yang diharapkan, teknologi di atas menghasilkan *yield* yang belum memuaskan.

Invensi ini menggunakan bahan baku gliserol. Gliserol dihasilkan dari hasil samping pembuatan biodiesel. Gliserol tersedia melimpah karena merupakan hasil reaksi samping pada pembuatan biodiesel.

Pada invensi ini, epiklorohidrin dihasilkan dari gliserol 98% (v/v) yang direaksikan dengan asam klorida 37% (v/v) dengan bantuan katalis asam malonat 19,8 g (10% dari total campuran umpan reaktor). Pada reaktor yang sama, setelah 90 menit, ditambahkan larutan basa NaOH 2M. Reaksi tahap kedua yaitu dehidroklorinasi dikloropropanol dengan

larutan basa merupakan reaksi yang relatif sangat cepat yaitu 5 menit.

Invensi ini disebut dengan teknologi *in-situ* karena dua tahap reaksi hidroklorinasi dan dehidroklorinasi berlangsung dalam satu reaktor yang sama, hal ini yang menjadikan invensi ini berbeda dari invensi-invensi sebelumnya disamping memiliki keunggulan dengan memanfaatkan limbah gliserol dari hasil samping pembuatan biodiesel.

10

Uraian Singkat Invensi

Tujuan dari invensi ini adalah untuk menyediakan suatu epiklorohidrin dari limbah gliserol yang merupakan hasil samping produk biodiesel. Epiklorohidrin adalah bahan aditif untuk pembuatan resin epoksi yang banyak diaplikasikan pada industri otomotif dan alat-alat listrik rumah tangga.

Tujuan invensi ini dapat dicapai dengan menyediakan metode pembuatan epiklorohidrin secara *in-situ* dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

- a. memurnikan gliserol limbah biodiesel dengan distilasi pada suhu 110°C untuk menghasilkan gliserol 98% (v/v);
- b. mereaksikan 50 mL (0,683 mol) gliserol 98% (v/v) dengan asam klorida 37% (v/v) sebanyak 420 mL (13,693 mol) dan bantuan katalis asam karboksilat yaitu asam malonat sebanyak 19,8 g (10% dari total campuran), menaikkan suhu campuran hingga 120°C dan dijaga konstan selama 90 menit dengan menggunakan termostat sambil terus diaduk dalam reaktor *batch* untuk menghasilkan reaktan yang tidak bereaksi, dikloropropanol, dan air;
- c. mengkondensasi produk hasil reaksi yang terdiri dari reaktan yang tidak bereaksi, dikloropropanol, dan air melalui kondesor horizontal yang dipasang pada bagian

atas reaktor untuk memisahkan air yang terdapat dalam campuran;

d. menurunkan suhu reaksi pada kisaran 50°C sampai 80°C untuk kemudian menambahkan larutan natrium hidroksida dengan

5 konsentrasi 2M sebanyak 140 mL ke dalam reaktor; dan

e. mereaksikan secara *in-situ* antara natrium hidroksida dengan dikloropropanol yang dihasilkan dari tahapan sebelumnya untuk menghasilkan epiklorohidrin sebanyak 50,17 g yaitu 81,6 % *yield*.

10

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini meliputi pembuatan epiklorohidrin dengan teknologi *in-situ*. Gliserol sebagai limbah biodiesel dimurnikan dari pengotor-pengotor yang ada dengan
15 menggunakan distilasi pada suhu 110°C sehingga diperoleh kemurnian gliserol 98% (v/v). Kemudian, gliserol 98% (v/v) bereaksi dengan hidrogen klorida 37% (v/v) dengan bantuan katalis asam karboksilat yaitu asam malonat sebanyak 19,8 g (10% dari total campuran umpan reaktor). Reaksi berlangsung
20 di dalam reaktor *batch* berpengaduk pada tekanan 1 atmosfer dan suhu 120°C selama 90 menit. Pada kondisi ini, terjadi reaksi hidroklorinasi menghasilkan dikloropropanol dan air. Reaktor dilengkapi dengan kondensor horisontal yang dipasang pada bagian atas untuk memisahkan air yang
25 dihasilkan selama reaksi. Setelah 90 menit, suhu reaksi yang dikontrol dengan sebuah termostat diturunkan hingga mencapai kisaran 50°C sampai 80°C dan kemudian menambahkan secara *in-situ* natrium hidroksida 2M sebanyak 140 mL. Pada kondisi ini terjadi reaksi dehidroklorinasi menghasilkan
30 epiklorohidrin. Epiklorohidrin selanjutnya dipisahkan dari campuran menggunakan distilasi dan disimpan pada suhu rendah untuk mencegah terjadinya hidrolisa.

Proses pemurnian gliserol limbah biodiesel 85% (v/v) sebanyak 750 mL menggunakan kolom distilasi. Kolom dipanaskan sampai suhu 110°C untuk memisahkan sisa metanol dan air sebagai pengotor gliserol sehingga menghasilkan gliserol 98% (v/v).

Menambahkan sebanyak 150 mL gliserol 98% (v/v), 420 mL hidrogen klorida 37% (v/v), dan 19,8 g katalis asam malonat ke dalam reaktor. Campuran reaktan bereaksi di dalam reaktor *batch* berpengaduk pada tekanan 1 atmosfer dan suhu 120°C yang dikontrol dengan termostat. Pada kondisi ini diperoleh dikloropropanol dan air sebagai hasil reaksi.

Selanjutnya adalah menambahkan larutan natrium hidroksida dengan konsentrasi 2M sebanyak 140 mL ke dalam reaktor dan terjadi reaksi secara *in-situ* antara natrium hidroksida dengan dikloropropanol yang dihasilkan pada tahap sebelumnya. Reaksi tersebut menghasilkan epiklorohidrin yang berlangsung pada kisaran suhu 50°C sampai 80°C. Suhu dijaga agar tidak melebihi 80°C karena di atas suhu tersebut dapat terjadi reaksi hidrolisa epiklorohidrin yaitu reaksi balik dimana epiklorohidrin kembali menjadi gliserol. Hal ini tentu saja tidak diharapkan karena dapat menurunkan hasil produk yang diharapkan. Reaksi pembentukan epiklorohidrin berlangsung relatif sangat cepat yaitu hanya 5 menit. Hasil analisis kuantitatif menggunakan *Gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS) menghasilkan 50,17 g epiklorohidrin atau 81,6 % *yield* epiklorohidrin.

Klaim

1. Metode pembuatan epiklorohidrin secara *in-situ* dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:
 - 5 a. memurnikan gliserol limbah biodiesel dengan distilasi pada suhu 110°C untuk menghasilkan gliserol 98% (v/v);
 - 10 b. mereaksikan 50 mL (0,683 mol) gliserol 98% (v/v) dengan asam klorida 37% (v/v) sebanyak 420 mL (13,693 mol) dan bantuan katalis asam karboksilat yaitu asam malonat sebanyak 19,8 g (10% dari total campuran), menaikkan suhu campuran hingga 120°C dan dijaga konstan selama 90 menit dengan menggunakan termostat sambil terus diaduk dalam reaktor *batch*
15 untuk menghasilkan reaktan yang tidak bereaksi, dikloropropanol, dan air;
 - c. mengkondensasi produk hasil reaksi yang terdiri dari reaktan yang tidak bereaksi, dikloropropanol, dan air melalui kondesor horizontal yang dipasang pada bagian atas reaktor untuk memisahkan air yang
20 terdapat dalam campuran;
 - d. menurunkan suhu reaksi pada kisaran 50°C sampai 80°C untuk kemudian menambahkan larutan natrium hidroksida dengan konsentrasi 2M sebanyak 140 mL ke
25 dalam reaktor; dan
 - e. mereaksikan secara *in-situ* antara natrium hidroksida dengan dikloropropanol yang dihasilkan dari tahapan sebelumnya untuk menghasilkan epiklorohidrin sebanyak 50,17 g yaitu 81,6 % *yield*.

Abstrak**METODE PEMBUATAN EPIKLOROHIDRIN SECARA *IN-SITU***

5 Invensi ini berkaitan dengan metode pembuatan epiklorohidrin sebagai bahan baku utama pembuatan resin epoksi. Resin epoksi adalah bahan kimia untuk pembuatan cat otomotif dan alat-alat listrik listrik rumah tangga. Proses pembuatan epiklorohidrin dengan metode *in-situ* adalah
10 mereaksikan gliserol 98% (v/v), asam klorida cair 37 % (v/v) dan natrium hidroksida 2M dalam satu reaktor untuk menghasilkan epiklorohidrin. Hasil reaksi tidak menghasilkan senyawa berbahaya seperti gas klorin yang menjadi kelemahan bagi invensi sebelumnya. Keunggulan lain
15 dari invensi ini adalah kedua tahap reaksi pembentukan epiklorohidrin berlangsung hanya pada satu reaktor saja tanpa memisahkan terlebih dahulu dikloropropanol yang dihasilkan pada reaksi antara.