

REPUBLIC INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN SEDERHANA

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten Sederhana kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : SENTRA KI UNNES
Gedung Prof. Retno Sriningsih Satmoko Lantai 2,
Kampus Sekaran, Gunungpati,
Semarang, 50229,
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : METODE PEMUNGUTAN SENYAWA FENOLIK DARI TIR
BATUBARA JENIS SUB BITUMINOUS

Inventor : Dr. Dewi Selvia Fardhyanti, S.T., M.T.

Tanggal Penerimaan : 10 Juni 2019

Nomor Paten : IDS000003277

Tanggal Pemberian : 12 Oktober 2020

Perlindungan Paten Sederhana untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 10 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 23 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten Sederhana 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

Deskripsi

**METODE PEMUNGUTAN SENYAWA FENOLIK DARI TIR BATUBARA
JENIS SUB BITUMINOUS**

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode pemungutan senyawa fenolik dari tir batubara jenis sub bituminuous. Komposisi terbesar tir batubara sub bituminuous adalah senyawa fenolik sebesar 39,44% diantaranya 8,06% fenol, 3,45% o-kresol, dan 11,06% p-kresol. Senyawa fenolik mempunyai potensi multi guna sebagai bahan baku atau intermediet pada berbagai industri kimia (anti oksidan, anti septik, resin, bahan pelunak pada industri plastik, cat, parfum, obat, dan lain-lain).

15

Latar Belakang Invensi

Proses produksi kokas batubara menghasilkan limbah cair yang disebut dengan tir batubara. Tir merupakan merupakan produk samping proses karbonisasi dan gasifikasi yang mempunyai nilai guna tinggi yang merupakan senyawa polinukelus yang sangat kompleks serta, namun sampai sekarang masih terabaikan. Tir batubara ini mengandung lebih dari 348 jenis senyawa kimia. Beberapa diantaranya merupakan senyawa-senyawa kimia yang sangat berharga. Senyawa aromatik benzoid (benzena, toluena, xilena, naftalena, dan antrasena) dan senyawa fenolik (fenol, kresol, xilenol, katekol, dan resorsinol) yang mempunyai potensi multi guna sebagai bahan baku atau intermediet pada berbagai industri kimia (anti oksidan, anti septik, resin, bahan pelunak pada industri plastik, cat, parfum, obat, dan lain-lain) banyak terdapat dalam tir batubara. Selain itu, tir batubara juga mengandung senyawa nitrogen heterosiklik (piridin, kuinolina, isokuinolina, indol), senyawa hidrokarbon homosiklik (benzena, fenol, toluena, etilbenzena, silena, naftalena) dan senyawa oksigen heterosiklik (dibenzofuran). Tir batubara berbau tajam dan tidak enak, maka tir sering dianggap sebagai limbah. Bila diolah lebih lanjut, senyawa-

senyawa kompleks tersebut akan terpecah menghasilkan bentuk-bentuk sederhana dengan nilai ekonomis lebih tinggi.

Proses pemungutan senyawa fenolik dari dari tir batubara jenis sub bituminuous menjadi komponen-komponennya terdiri atas 2
5 tahapan, yaitu: (1) pemisahan fraksi-fraksi tersebut menjadi 2 atau lebih kelompok senyawa dengan ekstraksi pelarut; (3) pemisahan kelompok-kelompok senyawa tersebut menjadi senyawa yang lebih murni dengan destilasi, kristalisasi dan lain-lain.

Senyawa fenolik yang memiliki beberapa manfaat diantaranya
10 sebagai komponen utama pada pembuatan desinfektan (komponen utama pada desinfektan dagang, Lisol), sebagai bahan baku dalam pembuatan deodorizer, dan antiseptik. Adapun keunggulan dari golongan ini adalah sifatnya yang stabil dan ramah terhadap beberapa jenis material, sedangkan kerugiannya antara lain susah
15 terbiodegradasi, bersifat racun, dan korosif.

Konsumsi senyawa fenolik akan semakin meningkat dengan bertambahnya industri di dunia, khususnya industri antiseptik. Pada tahun 2004 produksi fenol sebanyak 24.047.200 kg dan pada tahun 2005 produksi fenol mencapai 50.139.872 kg sedangkan ekspor
20 fenol pada tahun 2005 hanya 1.635.137 kg, sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa kebutuhan senyawa fenolik di dalam negeri sangatlah besar.

Nilai impor fenol di Indonesia pada tahun 1993 yaitu sebesar 13.156 ton kemudian melonjak 327% menjadi 56.183 ton pada tahun
25 1994, nilai impor fenol turun 65,4% menjadi 19.414 ton pada tahun 1995. Namun, selama tahun 1991 hingga tahun 1995, nilai impor mengalami pertumbuhan rata-rata 77,9% per tahun. Nilai impor meningkat dengan pertumbuhan industri pengguna.

Uraian di atas menunjukkan bahwa Indonesia kehilangan banyak
30 devisa. Masalah ini dapat dipecahkan jika IPTEK pemisahan senyawa fenolik dari limbah cair produksi kokas batubara bisa dikuasai. Industri pemisahan senyawa fenolik dari limbah cair produksi kokas batubara sangat berpotensi untuk dikembangkan. Dengan demikian, inovasi teknologi pemisahan senyawa fenolik dari limbah cair
35 produksi kokas batubara di dalam negeri harus segera dikembangkan. Inovasi IPTEK yang dikembangkan pada penelitian ini adalah

teknologi yang secara ekonomi menguntungkan untuk diadopsi negara, teknologi yang efisien energi serta ramah lingkungan sesuai semangat *green technology*.

Invensi tentang ekstraksi senyawa fenol dari tir batubara telah dikemukakan oleh paten No. CN102219649 A. Metode yang digunakan terdiri dari langkah-langkah berikut: 1) distilasi tir batubara untuk memperoleh fraksi pada suhu 260°C; 2) ekstraksi senyawa fenolik menggunakan pelarut amina alkohol; 3) melakukan ekstraksi kembali *multistage* pada senyawa fenolik 4) memisahkan larutan agen pelepasan fenol dan pemisahan dilakukan untuk mendapatkan fenol mentah; 5) menghilangkan minyak netral yang masuk dalam senyawa fenol dengan uap air sehingga diperoleh produk fenol mentah.

Invensi ini menggunakan metode pembuatan yang lebih sederhana, mudah dan murah karena tidak membutuhkan energi yang besar. Proses ekstraksi hanya dilakukan dengan menggunakan alat shaker bath pada tekanan 1 atm dan suhu 318 K dengan pelarut larutan aseton yang murah dan mudah didapat serta tidak beracun.

20 **Uraian Singkat Invensi**

Tujuan invensi ini adalah untuk menyediakan suatu senyawa fenolik yang memiliki kandungan fenol, orto kresol dan para kresol dengan konsentrasi sebesar 06% fenol, 3,45% o-kresol, dan 11,06% p-kresol.

Tujuan invensi ini dicapai dengan cara mencampurkan tir batubara dan larutan aseton (80%) dengan rasio berat tir batubara : larutan aseton adalah 1:1; mengekstraksi larutan hasil tahapan a) pada suhu 318 K, kecepatan pengadukan 35 rpm, dan tekanan 1 atm selama 5 jam untuk menghasilkan larutan campuran yang mengandung senyawa fenolik, tir batubara dan larutan aseton; mendinginkan larutan campuran hasil ekstraksi tahapan b) selama 1 jam dan mengambil senyawa fenolik yang berada pada lapisan fase ekstrak; dan menganalisis senyawa fenolik yang berada pada lapisan fase ekstrak untuk mengetahui kandungan, rendemen, dan koefisien distribusi komponen fenol, orto kresol dan para kresol serta konsentrasinya masing-masing dengan alat GC-MS. Dengan proses

perwujudan invensi ini, proses ekstraksi multi-solut terhadap senyawa fenolik dari tir batubara, berhasil mendapatkan fraksi mol solut maksimum (0,055 fenol; 0,037 o-kresol; dan 0,061 p-kresol), koefisien distribusi maksimum (2,80 fenol; 3,66 o-kresol; dan 4,55 p-kresol), dan rendemen maksimum (0,75 fenol; 0,74 o-kresol; dan 0,76 p-kresol).

Uraian Lengkap Invensi

Sebagaimana telah dikemukakan pada latar belakang invensi bahwa tir batubara banyak mengandung senyawa fenolik yang mempunyai nilai ekonomis tinggi sebagai bahan intermediete dalam industri, maka proses pemisahan senyawa fenolik tersebut dilakukan dengan proses ekstraksi cair-cair dengan menggunakan pelarut organik yang mempunyai kelarutan besar terhadap senyawa fenolik. Pemilihan pelarut yang tepat, murah, mudah didapat dan tidak beracun sangat perlu diperhatikan untuk mendapat hasil ekstrak (rendemen dan koefisien distribusi) maksimal.

Metode ekstraksi cair-cair untuk mendapatkan senyawa fenolik dari tir batubara dilakukan dengan cara :

1. Pelarut larutan metanol

Umpan (tir batubara) sebanyak 10 gram dan pelarut larutan metanol (80%) sebanyak 10 mL diekstraksi dengan alat *shaker bath* (rasio umpan-pelarut = 1). Proses ekstraksi berlangsung selama 5 jam (waktu kesetimbangan) dengan kecepatan pengadukan 35 rpm pada suhu 318 K dan tekanan 1 atm. Setelah proses ekstraksi selesai, sampel dimasukkan ke dalam corong pemisah dan didiamkan selama 1 jam untuk mendapat lapisan fase ekstrak yang kaya akan senyawa fenolik dan lapisan fase rafinat yang mengandung diluen tir batubara.

Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.

2. Pelarut larutan aseton

Dilakukan dengan proses yang sama pada nomer 1 di atas tetapi menggunakan pelarut larutan aseton (80%).

Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.

- 5 3. Fraksi massa air dalam pelarut = 0,5
Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi menggunakan pelarut dengan konsentrasi (50%).
Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik
10 ditunjukkan pada Tabel 1.
4. Fraksi massa air dalam pelarut = 0,8
Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi menggunakan pelarut dengan konsentrasi (20%).
15 Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.
5. Rasio fraksi massa umpan-pelarut = 2
20 Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi dengan rasio umpan-pelarut = 2.
Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.
25
6. Rasio fraksi massa umpan-pelarut = 3
Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi dengan rasio umpan-pelarut = 3.
Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik
30 ditunjukkan pada Tabel 1.
7. Suhu operasi 308 K
Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas
35 tetapi pada suhu 318 K.

Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.

5 8. Suhu operasi 323 K

Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi pada suhu 323 K.

10 Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.

9. Kecepatan pengadukan 30 rpm

Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi pada kecepatan pengadukan 35 rpm.

15 Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.

10. Kecepatan pengadukan 40 rpm

20 Dilakukan dengan proses yang sama seperti nomer 1 di atas tetapi pada kecepatan pengadukan 40 rpm.

25 Pada kondisi variabel ini diperoleh hasil rendemen dan koefisien distribusi untuk masing-masing senyawa fenolik ditunjukkan pada Tabel 1.

30

35

Tabel 1. Rendemen dan Koefisien Distribusi yang Diperoleh untuk Masing-masing Variabel Operasi

No.	Variabel Operasi	Rendemen			Koefisien Distribusi		
		fenol	0-kresol	p-kresol	fenol	0-kresol	p-kresol
1	Pelarut larutan metanol	0,63	0,60	0,67	1,98	1,78	2,76
2	Pelarut larutan aseton	0,75	0,74	0,76	2,8	3,66	4,55
3	Fraksi massa air dalam pelarut 0,2 (konsentrasi 80%)	0,75	0,74	0,76	2,8	3,66	4,55
4	Fraksi massa air dalam pelarut 0,5 (konsentrasi 50%)	0,64	0,61	0,69	2,0	3,12	4,27
5	Fraksi massa air dalam pelarut 0,8 (konsentrasi 20%)	0,57	0,45	0,63	1,75	2,53	3,11
6	Rasio fraksi massa umpan-pelarut = 1	0,75	0,74	0,76	2,8	3,66	4,55
7	Rasio fraksi massa umpan-pelarut = 2	0,64	0,61	0,69	2,0	3,12	4,27
8	Rasio fraksi massa umpan-pelarut = 3	0,57	0,45	0,63	1,75	2,53	3,11
9	Suhu operasi 308K	0,57	0,45	0,63	1,75	2,53	3,11
10	Suhu operasi 318K	0,75	0,74	0,76	2,8	3,66	4,55
11	Suhu operasi 323K	0,64	0,61	0,69	2,0	3,12	4,27
12	Kecepatan pengadukan 30 rpm	0,57	0,45	0,63	1,75	2,53	3,11
13	Kecepatan pengadukan 35 rpm	0,75	0,74	0,76	2,8	3,66	4,55
14	Kecepatan pengadukan 40 rpm	0,64	0,61	0,69	2,0	3,12	4,27

5 Proses ekstraksi multi-solut terhadap senyawa fenolik yang mendapatkan hasil maksimal dilakukan pada rasio fraksi massa

umpan-pelarut = 1, temperatur 318 K, pelarut larutan aseton 80%, dan kecepatan pengadukan 35 rpm.

Klaim

1. Metode pemungutan senyawa fenolik dari tir batubara jenis sub bituminuous yang terdiri dengan tahapan sebagai berikut:

5 a. mencampurkan tir batubara dan larutan aseton (80%) dengan rasio berat tir batubara : larutan aseton adalah 1:1;

b. mengekstraksi larutan hasil tahapan a) pada suhu 318 K, kecepatan pengadukan 35 rpm, dan tekanan 1 atm selama 5 jam untuk menghasilkan larutan campuran yang mengandung senyawa fenolik, tir
10 batubara dan larutan aseton;

c. mendinginkan larutan campuran hasil ekstraksi tahapan b) selama 1 jam dan mengambil senyawa fenolik yang berada pada lapisan fase ekstrak; dan

d. menganalisis senyawa fenolik yang berada pada lapisan fase
15 ekstrak untuk mengetahui kandungan, rendemen, dan koefisien distribusi komponen fenol, orto kresol dan para kresol serta konsentrasinya masing-masing dengan alat GC-MS.

Abstrak**METODE PEMUNGUTAN SENYAWA FENOLIK DARI TIR BATUBARA JENIS
SUB BITUMINOUS**

5

Invensi ini berhubungan dengan metode pemungutan senyawa fenolik dari tir batubara jenis sub bituminuous. Komposisi terbesar tir hasil pirolisis batubara adalah senyawa fenolik yaitu sebesar 39,44% diantaranya 8,06% fenol, 3,45% o-kresol, dan 11,06% p-kresol. Senyawa fenolik mempunyai potensi multi guna sebagai bahan baku atau intermediet pada berbagai industri kimia (anti oksidan, anti septik, resin, bahan pelunak pada industri plastik, cat, parfum, obat, dan lain-lain). Metode pemungutan senyawa fenolik dari tir batubara jenis sub bituminuous dilakukan dengan cara : mencampurkan tir batubara dan larutan aseton (80%) dengan rasio berat tir batubara : larutan aseton adalah 1:1; mengekstraksi larutan hasil tahapan a) pada suhu 318 K, kecepatan pengadukan 35 rpm, dan tekanan 1 atm selama 5 jam untuk menghasilkan larutan campuran yang mengandung senyawa fenolik, tir batubara dan larutan aseton; mendiamkan larutan campuran hasil ekstraksi tahapan b) selama 1 jam dan mengambil senyawa fenolik yang berada pada lapisan fase ekstrak; dan menganalisis senyawa fenolik yang berada pada lapisan fase ekstrak untuk mengetahui kandungan, rendemen, dan koefisien distribusi komponen fenol, orto kresol dan para kresol serta konsentrasinya masing-masing dengan alat GC-MS. Dengan proses perwujudan invensi ini, proses ekstraksi multi-solut, berhasil mendapatkan senyawa fenolik dari tir batubara dengan nilai koefisien distribusi maksimum (2,80 fenol; 3,66 o-kresol; dan 4,55 p-kresol) dan rendemen maksimum (0,75 fenol; 0,74 o-kresol; dan 0,76 p-kresol).

35