



Yayasan Bina Patria Nusantara Malang

UNIVERSITAS TRIBHUWANA TUNGGADEWI MALANG

FAKULTAS PERTANIAN

Jl. Telaga Warna, Tlogomas, Malang 65144 - Indonesia, Telp. 0341 - 565500, Fax. 0341 - 565522
Program Studi : Agribisnis, Agroteknologi, Arsitektur Lansekap, Teknologi Industri Pertanian, Peternakan

SURAT REKOMENDASI

No. 5637 /TB.FP/KP-510/XI/2019

Dekan Fakultas Pertanian Universitas Tribhuwana Tungga Dewi Malang, dengan ini memberikan rekomendasi kepada :

Nama : Dr. Ir. Kgs Ahmadi, MP
NIP : 196512271991031004
Unit Kerja : LL Dikti dpk pada PS TIP Fakultas Pertanian Universitas Tribhuwana Tungga Dewi

Mengajukan paten dengan judul “Metode Pemisahan Fraksi Tidak Tersabunkan yang Mengandung Senyawa Bioaktif Multikomponen dari Distilat Asam Lemak Minyak Sawit” sebagai anggota inventor untuk diajukan sebagai kum dalam pengusulan jabatan Guru Besar. Paten yang telah di Ganted sesuai dengan bidang keahlian dan mata kuliah yang diampu. Bersama surat rekomendasi ini disertakan sertifikat paten dan bukti fisik (deskripsi paten).

Demikian Surat Rekomendasi ini dibuat untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Malang, 13 November 2019
Dekan,

Dr. Ir. Amir Hamzah, MP
NIP. 19670527 200501 100



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 : LPPM UNIVERSITAS BRAWIJAYA
Jl. Veteran,
Malang 65145

Untuk Invensi dengan Judul : METODE PEMISAHAN FRAKSI TIDAK TERSABUNKAN
YANG MENGANDUNG SENYAWA BIOAKTIF MULTI
KOMPONEN DARI DISTILAT ASAM LEMAK MINYAK SAWIT

Inventor : Dr. Teti Estiasih, STP, MP
Dr. Ir. Kgs. Ahmadi, MP

Tanggal Penerimaan : 19 November 2013

Nomor Paten : IDP000043911

Tanggal Pemberian : 21 Desember 2016

Perlindungan Paten untuk invensi 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 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

(12) PATEN INDONESIA	(11) IDP000043911	(13) B
(19) DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL	(45) 21 Dec 2016	

(51) Klasifikasi IPC : C11C 1/00, C11C 3/00
(21) No. Permohonan Paten : P00201304623
(22) Tanggal Penerimaan : 19 Nov 2013
(30) Data Prioritas :
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara
(43) Tanggal Pengumuman : 11 Sep 2014
(56) Dokumen Perbandingan :
-

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
LPPM UNIVERSITAS BRAWIJAYA, Jl. Veteran, Malang 65145 (u.p. Dr. Ir. Purwadi, MS), ID
(72) Nama Inventor :
Dr. Teti Estiasih, STP, MP, ID
Dr. Ir. Kgs. Ahmadi, MP, ID
(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :
-
-
-
Pemeriksa Paten : Alex Rahman
Jumlah Klaim : 3

(54) Judul Invensi : METODE PEMISAHAN FRAKSI TIDAK TERSABUNKAN YANG MENGANDUNG SENYAWA BIOAKTIF MULTIKOMPONEN DARI DISTILAT ASAM LEMAK MINYAK SAWIT

(57) Abstrak :

Invensi ini berkaitan dengan metode pemisahan fraksi tidak tersabunkan (FTT) distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) dengan kadar ALB rendah. FTT yang dihasilkan mengandung berbagai senyawa bioaktif yang terdiri dari tokoferol, tokotrienol, fitosterol, dan skualen. Metode untuk mendapatkan FTT dilakukan dengan tahapan sebagai berikut: melarutkan DALMS dalam etanol; menambahkan larutan KOH 50% sebanyak 60% (v/b); memanaskan campuran pada suhu 70°C selama 40 menit; dan memisahkan fraksi tidak tersabunkan dari fraksi tersabunkan. FTT yang diperoleh mempunyai kadar ALB 0,325% dan senyawa bioaktif multi komponen yang terdiri dari tokoferol 0,06%, tokotrienol 0,73%, fitosterol 9,18%, dan skualen 0,53%.

No Image Available

Deskripsi

METODE PEMISAHAN FRAKSI TIDAK TERSABUNKAN YANG MENGANDUNG SENYAWA BIOAKTIF MULTIKOMPONEN DARI DISTILAT ASAM LEMAK MINYAK SAWIT

5

Bidang Teknik Invensi

10

Invensi ini berhubungan dengan metode pemisahan senyawa bioaktif multikomponen dari distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) dalam bentuk fraksi tidak tersabunkan (FTT) dengan teknik saponifikasi dengan kadar asam lemak bebas (ALB) yang rendah dalam fraksi tidak tersabunkan yang dihasilkan. Invensi dilakukan pada DALMS yang merupakan hasil samping proses pemurnian minyak sawit.

15

Latar Belakang Invensi

20

DALMS mengandung asam lemak dan gliserida 96,1%, dan komponen minor bioaktif seperti tokoferol dan tokotrienol (0,48%), fitosterol (0,37%), skualen (0,76%), hidrokarbon lain (0,71%) (Gapoor *et al.*, 2002; *Palm Oil Development*. 36:13-19). Komponen bioaktif dalam DALMS merupakan komponen yang berada pada fraksi tidak tersabunkan (FTT) (Khattoon *et al.*, 2010; *J. Am. Oil Chem. Soc.* 87(3):321-326.). Tokoferol dan tokotrienol berperan sebagai antikanker, antiangiogenesis, antioksidan, anti arterosklerosis, dan menghambat sintesis kolesterol (Loganathan *et al.*, 2009; *Palm Oil Development* 50:16-25). Fitosterol berperan sebagai penurun kolesterol, antitrombotik (Piiron *et al.*, 2000; *J Sci Food Agric.* 80:939-966), antikanker (Awad dan Fink, 2000; *J Nutr.* 130:2127-2130) dan merangsang produksi ASI (Freitsche dan Steinhart, 1999; *European Food Research and Technology* 209). Skualen berperan sebagai antikanker dan penurun kolesterol.

35

Metode pemisahan FTT dari DALMS bertujuan untuk memisahkan senyawa bioaktif dalam DALMS dengan menggunakan teknik

saponifikasi. FTT DALMS mengandung senyawa bioaktif berupa tokoferol, tokotrienol, fitosterol, skualen, dan hidrokarbon lain.

Invensi sebelumnya (K. Ahmadi dan T. Estiasih, 2011; J. Teknol. dan Industri Pangan XXII(2): 142-149) menunjukkan metode pemisahan FTT dari DALMS menurut metode Goh *et al.* (1985) (*J. Am. Oil Chem. Soc.* 62(2): 237-240) menggunakan saponifikasi pada suhu 65°C, lama 32 menit dengan jumlah KOH 50% yang ditambahkan adalah 50% v/b. FTT yang dihasilkan mengandung asam lemak bebas (ALB) sebagai pengotor dengan kadar 7,99%. ALB merupakan pengotor yang tidak diinginkan karena jika kadar ALB tinggi maka kadar senyawa bioaktif dalam FTT akan menjadi rendah. Pemisahan dengan saponifikasi dilakukan berdasarkan kemampuan asam lemak untuk membentuk sabun dengan adanya alkali. Invensi ini bertujuan untuk meminimumkan pengotor asam lemak bebas pada FTT sehingga diperoleh senyawa bioaktif dengan kadar tinggi.

Invensi terdahulu berkaitan dengan proses saponifikasi adalah saponifikasi alkali film polimer yang terdiri dari tahapan penambahan larutan alkali pada film polimer yang mempunyai suhu yang tidak lebih rendah dari suhu ruang, pencucian larutan alkali dari film (US Patent US7208592). Penemuan lain terkait saponifikasi adalah saponifikasi dua tahap diklorohidrin (US Patent 4496753), metode saponifikasi asam lemak menggunakan garam kalsium untuk mendapatkan asam lemak yang stabil selama penyimpanan (US Patent 7098352). Reaktor untuk proses saponifikasi telah dipatenkan dengan keunggulan saponifikasi cepat dalam waktu 2-5 menit (US Patent 4671892). Saponifikasi lilin telah dipatenkan dengan US Patent 5159124, sedangkan proses saponifikasi cepat untuk membuat sabun dan sabun/deterjen sintetis dipatenkan dalam US Patent 4397760. Proses produksi fitosterol melalui saponifikasi dalam pelarut alkohol/air dipatenkan dengan nomor paten US7173144.

Invensi terkait pemisahan FTT dari bahan lain adalah metode pembuatan FTT minyak nabati kaya dengan *non-tocolic* dan titik leleh tinggi, dan menggunakan minyak nabati melalui proses

hidrogenasi, penambahan pelarut pada minyak yang dihidrogenasi, kemudian dilakukan pemanasan dan dilanjutkan dengan pendinginan untuk mengendapkan fraksi dengan titik leleh tinggi, penyaringan dan penghilangan pelarut dipatenkan pada Patent Number: 7288278.

5 Invensi lain adalah penggunaan minyak sawit, germ jagung, bunga matahari, dan *rapeseed* untuk mendapatkan FTT dengan kadar minyak 3 sampai 15% m/m. Proses ini menggunakan metode distilasi molekular dengan suhu 200 - 280°C dan tekanan 10^{-3} - 10^{-2} mmHg. FTT yang dihasilkan mengandung tokoferol 0,3-2,5% dan fitosterol
10 1,3-8% dipatenkan dengan nomor paten US 20030108650 A1.

 Invensi tentang proses pemisahan asam lemak dari FTT dilakukan dengan mengontakkan asam lemak dengan pelarut akueous alkoholik untuk secara selektif mengabsorpsi asam lemak. FTT diekstrak dari larutan akueous dengan garam asam lemak dan
15 *rosin acids* (sabun) menggunakan pelarut seperti hidrokarbon atau alkohol dimana FTT larut sehingga terpisah dari garam asam lemak atau *resin acids*. Invensi ini terdaftar dengan nomor paten US 4534900 A.

 Invensi tentang pemisahan asam lemak dari campuran pakan mengandung asam lemak dan FTT meliputi mengkontakkan campuran pakan dengan pelarut campuran alkohol dan air untuk secara seleksi mengabsorpsi asam lemak dipatenkan dengan nomor paten US
20 4534900.

 Invensi tentang proses untuk memproduksi minyak bekatul kaya FTT meliputi proses pemurnian minyak bekatul untuk mendapatkan minyak bekatul yang dapat dimakan dan residu, rekoverti dan meningkatkan kadar FTT dan ferulat dari residu, dan menambahkan FTT dan ferulat pada minyak bekatul. FTT dan ferulat diesterifikasi setelah direkoverti dan sebelum ditambahkan pada
25 minyak bekatul; dengan jumlah yang ditambahkan 0,5 sampai 5,0% untuk mendapatkan minyak bekatul tinggi FTT. Invensi ini dipatenkan dengan nomor US 5290579 A.
30

 Invensi dengan nomor paten US 4560568 adalah tentang proses integratif untuk rekoverti minyak dan FTT dari buah alpukat
35 menggunakan metode ekstraksi satu tahap. Buah alpukat yang

telah dicacah dikontakkan dengan aseton untuk mengekstrak air dari alpukat. Selanjutnya minyak dalam alpukat diekstrak dengan aseton dan secara spontan terbentuk dua lapisan. Lapisan atas mengandung FTT dan lapisan bawah merupakan lapisan aseton yang
5 mengandung minyak.

Invensi tentang metode ekstraksi FTT dari minyak nabati terdiri dari saponifikasi menggunakan larutan hidroalkoholik dan mengekstrak larutan hidroalkoholik menggunakan pelarut organik seperti kloro-1-butana, dengan minyak nabati yang disukai adalah
10 minyak alpukat dan kedelai, dipatenkan dengan nomor EP 1246633 B1.

Invensi sebelumnya (K. Ahmadi dan T. Estiasih, 2011; J. *Tekno1. dan Industri Pangan* XXII(2):142-149) mendapatkan FTT DALMS dengan kadar ALB yang masih tinggi (7,99%) yang disebabkan
15 oleh tingkat penambahan larutan KOH 50%, suhu, dan lama saponifikasi yang belum tepat untuk mendapatkan kadar ALB yang rendah. Pada invensi ini metode untuk mendapatkan FTT dari DALMS dengan kadar ALB rendah dilakukan menggunakan metode *Response Surface Methodology* dengan respon kadar ALB dalam FTT
20 yang dihasilkan. Pemisahan FTT DALMS dengan kadar ALB rendah ini bertujuan untuk mendapatkan FTT yang mengandung campuran berbagai senyawa bioaktif yang terdiri dari tokoferol, tokotrienol, fitosterol, dan skualen.

25 **Ringkasan Invensi**

Tujuan invensi ini adalah menyediakan metode untuk menghasilkan fraksi tidak tersabunkan (FTT) yang mengandung senyawa bioaktif multikomponen berupa campuran tokoferol,
30 tokotrienol, fitosterol, dan skualen, dengan kadar ALB rendah dari distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) sebagai hasil samping pemurnian minyak sawit.

Oleh karena itu untuk mencapai tujuan tersebut, sasaran utama invensi ini adalah menyediakan proses pemisahan fraksi tidak
35 tersabunkan (FTT) yang mengandung senyawa bioaktif multikomponen

dari DALMS melalui saponifikasi pada suhu 70°C, selama 40 menit, dengan jumlah KOH (50%) sebanyak 60% (b/b DALMS).

Sasaran kedua invensi ini adalah menyediakan fraksi tidak tersabunkan yang mengandung senyawa bioaktif multikomponen dengan komposisi senyawa bioaktif terdiri dari tokotrienol 0,73-33,49%, tokoferol 0,06-0,75%, fitosterol 0,55-15,48%, dan skualen 0,53-32,30%. Dalam perwujudan ini lebih disukai agar fraksi tidak tersabunkan tersebut mempunyai kemurnian tinggi yang dicirikan oleh kadar asam lemak bebas yang rendah sebesar 0,325%.

Uraian Lengkap Invensi

Sumber FTT yang digunakan sebagai sumber senyawa bioaktif multi komponen adalah DALMS yang merupakan hasil samping dari proses pemurnian minyak sawit pada tahap deodorisasi berasal dari industri pemurnian sawit dari minyak sawit kasar (CPO, *crude palm oil*) menjadi RBD PO (*refined bleached deodorized palm oil*). Invensi ini dilakukan dalam satu tahap yaitu saponifikasi dan dilakukan sebagai berikut:

Saponifikasi DALMS dilakukan dengan menggunakan KOH. Sebanyak 100 g DALMS dimasukkan ke dalam erlenmeyer 2000 ml bertutup karet. Kemudian ditambahkan etanol sebanyak 883 ml dan 5 g asam askorbat. Erlenmeyer diberi gas N₂ selama 30 detik dan kemudian ditambahkan 50-70 ml (50-70% v/b) KOH 50% (b/v) dan tingkat penambahan larutan KOH 50% yang paling disukai adalah 60 ml (60% v/b). Erlenmeyer dipanaskan dalam *waterbath* suhu 60-80°C dengan suhu yang disukai adalah 70°C, dan pemanasan dilakukan selama 30-50 menit dengan lama pemanasan yang disukai adalah 40 menit. Setelah pemanasan selesai, erlenmeyer didinginkan dan kemudian campuran reaksi dipindahkan pada corong pemisah. Sebanyak 1500 ml heksana dan 2000 ml akuades ditambahkan dan kemudian dikocok dan didiamkan sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan air di bagian bawah mengandung fraksi tersabunkan dan lapisan heksana di bagian atas mengandung fraksi tidak

tersabunkan. Heksana dihilangkan dari fraksi tidak tersabunkan dengan menggunakan evaporasi vakum. Fraksi tidak tersabunkan yang diperoleh sebesar mempunyai kisaran kadar asam lemak bebas 0,2-4,1%. Kadar asam lemak bebas FTT DALMS yang dihasilkan dari proses saponifikasi dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kadar asam lemak bebas (%) fraksi tidak tersabunkan DALMS

No.	Suhu (°C)	Lama Reaksi (Menit)	Tingkat Penambahan Larutan KOH 50% (v/b DALMS)	Respon Kadar ALB (%)
1.	60	30	50	0,934
2.	60	30	70	1,200
3.	60	40	50	0,665
4.	60	40	70	0,499
5.	80	30	50	1,932
6.	80	30	70	2,500
7.	80	50	50	4,058
8.	80	50	70	1,667
9.	70	40	60	0,301
10.	70	40	60	0.349
11.	70	40	60	0,398
12.	70	40	60	0,397
13.	70	40	60	0,400
14.	70	40	60	0,350
15.	53,18	40	60	0,357
16.	86,82	40	60	0,334
17.	70	23,18	60	0,502
18.	70	56,82	60	0,667
19.	70	40	43,18	0,580
20.	70	40	76,82	0,219

10

Sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 1, bahwa kondisi saponifikasi DALMS untuk mendapatkan kadar asam lemak bebas minimum dalam FTT adalah suhu 70°C, lama saponifikasi 40 menit, dan jumlah KOH (50%) yang ditambahkan adalah 60% (v/b) yang menghasilkan kadar asam lemak bebas sebesar 0,325%. Dengan kondisi saponifikasi ini, dihasilkan FTT dengan kemurnian lebih tinggi dari kondisi sebelumnya yang ditunjukkan dengan kadar pengotor berupa asam lemak bebas sebesar 0,325%.

15

Komposisi senyawa bioaktif dapat dilihat pada Tabel 2. FTT yang dihasilkan mengandung senyawa bioaktif multikomponen berupa vitamin E terutama tokotrienol, fitosterol, dan skualen. Dalam FTT tersebut tidak ditemukan adanya polikosanol dan ko-enzim Q10. Dari Tabel 2 terlihat bahwa kadar vitamin E dalam FTT yang dihasilkan dari kondisi saponifikasi dari hasil invensi ini mempunyai kadar vitamin E yang lebih tinggi dan kadar tokotrienol yang juga lebih tinggi.

10 Tabel 2. Kadar senyawa bioaktif pada FTT dari kondisi saponifikasi optimum untuk mendapatkan FTT dengan kadar asam lemak bebas minimum

Senyawa Bioaktif	Hasil Invensi Ini		Literatur*	
	ppm	%	ppm	%
Vitamin E	7.968,04	0,80	4.500	0,45
• α tokoferol	644,11	0,06	1.500	0,15
• α tokotrienol	1.860,54	0,19	800	0,08
• δ tokotrienol	4.853,78	0,49	1.300	0,13
• γ tokotrienol	609,61	0,06	900	0,09
• Total tokotrienol	7.323,93	0,73	3.000	0,30
Fitosterol	91.846,30	9,18		
• Beta sitosterol	81.932,59	8,19		
• Kampesterol	61,87	0,01		
• Stigmasterol	9.851,83	0,99		
Polikosanol	td	td		
Skualen	5.4264,11	0,53		
Ko-enzim Q10	td	td		
Pengotor Asam Lemak Bebas (%)	0,325		7,99	

td = tidak terdeteksi

* K. Ahmadi, T. Estiasih, 2011; J. Teknol. dan Industri Pangan XXII(2):142-

Klaim

1. Suatu metode pemisahan fraksi tidak tersabunkan (FTT) yang mengandung senyawa bioaktif multikomponen dari distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) dengan saponifikasi pada suhu 5 70°C, selama 40 menit, dengan jumlah KOH (50%) sebanyak 60% (b/b DALMS).
2. Fraksi tidak tersabunkan mengandung senyawa bioaktif multikomponen dengan komposisi senyawa bioaktif terdiri dari tokotrienol 0,73-33,49%, tokoferol 0,06-0,75%, fitosterol 10 0,55-15,48%, dan skualen 0,53-32,30%.
3. Fraksi tidak tersabunkan mengandung senyawa bioaktif multikomponen dari klaim 2 dengan kemurnian tinggi yang dicirikan oleh kadar asam lemak bebas yang rendah sebesar 0,325%.

15

20

25

30

Abstrak**METODE PEMISAHAN FRAKSI TIDAK TERSABUNKAN
YANG MENGANDUNG SENYAWA BIOAKTIF MULTI KOMPONEN
DARI DISTILAT ASAM LEMAK MINYAK SAWIT**

5

Invensi ini tentang metode pemisahan fraksi tidak tersabunkan (FTT) mengandung senyawa bioaktif multikomponen dari distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) dengan kadar komponen pengotor dalam bentuk asam lemak bebas yang rendah. Senyawa bioaktif multikomponen dalam FTT terdiri dari tokoferol, tokotrienol, fitosterol, dan skualen. Pemisahan FTT dari DALMS dilakukan dengan saponifikasi pada suhu 70°C, selama 40 menit, dengan jumlah KOH (50%) sebanyak 60% (b/b DALMS). Fraksi tidak tersabunkan yang dihasilkan mengandung senyawa bioaktif multikomponen dengan komposisi senyawa bioaktif terdiri dari tokotrienol 0,73-33,49%, tokoferol 0,06-0,75%, fitosterol 0,55-15,48%, dan skualen 0,53-32,30%. Fraksi tidak tersabunkan tersebut mempunyai kemurnian tinggi yang dicirikan oleh kadar asam lemak bebas yang rendah sebesar 0,325%.

25