



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. *938* /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 Separasi Fitosterol dari Distilat Deodorizer dengan Teknik Rekristalisasi Pelarut Suhu Rendah” sebagai **Ketua 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).

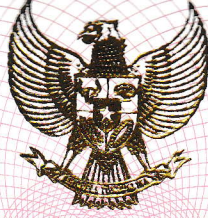
Demikian Surat Rekomendasi ini dibuat untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Malang, 13 November 2019

Dekan,

Dr. Ir. Amir Harizah, 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 TRIBHUWANA TUNGGADEWI
Jl. Telaga Warna Tlogomas Malang 65144
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : METODE SEPARASI FITOSTEROL DARI DISTILAT
DEODORIZER DENGAN TEKNIK REKRISTALISASI
PELARUT SUHU RENDAH

Inventor : Kgs Ahmadi, Ir., M.P.
Teti Estiasih, S.T.P., M.P., Dr.

Tanggal Penerimaan : 12 Oktober 2012

Nomor Paten : IDP000051067

Tanggal Pemberian : 11 Mei 2018

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

Daftar Lolos Seleksi Uber HKI Tahun 2012

No	Nama	Institusi	Judul Usulan
1	Muhammad Romli, Prof., Dr., MSc.St.	Institut Pertanian Bogor	Proses Produksi Biodiesel dari Tanah Pemucat Bekas secara In Situ
2	Ani Suryani, Prof., Dr., Ir., DEA	Institut Pertanian Bogor	Teknologi Proses Produksi dan Formulasi <i>Soft Candy</i> dari Buah Pepaya
3	Ani Suryani, Prof., Dr., Ir., DEA	Institut Pertanian Bogor	Teknologi Proses Produksi dan Formulasi <i>Soft Candy</i> dari Buah Nanas
4	Nahrowi, Prof., Dr., MSc	Institut Pertanian Bogor	Produksi Konsentrat Protein dan Senyawa Karbohidrat Mannan dari Bungkil Inti Sawit
5	Ari Purbayanto, Prof., Dr., Ir., M.Sc	Institut Pertanian Bogor	Formulasi umpan buatan untuk penangkapan ikan karang konsumsi ramah lingkungan
6	Widanarni, Dr., Ir., M.Si	Institut Pertanian Bogor	Sinbiotik untuk meningkatkan daya tahan udang terhadap infeksi infectious myonecrosis virus
7	Hanny Wijaya, Prof., Dr., Ir., Magr	Institut Pertanian Bogor	Komposisi dan proses pembuatan permen cajuput yang dapat mencegah pertumbuhan mikroba penyebab karies gigi
8	Latifah K. Darusman, Prof., Dr., Ir., MS	Institut Pertanian Bogor	Formula Pemutih Kulit Berbasis Ekstrak Bakau (<i>Rhizopora apiculata</i>)
9	Andar Bagus Sriwarno, M.Sn, Ph.D	Institut Teknologi Bandung	Konstruksi Rotan melalui Pemanfaatan Struktur dari Ukuran Setengah Diameter Batang
10	Andar Bagus Sriwarno, M.Sn, Ph.D	Institut Teknologi Bandung	Konstruksi Anyaman Bilah sebagai Pembentuk Struktur Poligon untuk Membangun Struktur Bola
11	Eko Mursito Budi	Institut Teknologi Bandung	Notasi musik memakai teks komputer
12	I Komang Astana Widi, ST., MT	Institut Teknologi Nasional Malang	Ubin Komposit Serat Alam Batang Palas Duri
13	I Made Londen Batan, Prof. Dr.-Ing, M.eng	Institut Teknologi Sepuluh Nopember	Rangka sepeda fleksibel
14	Malik Anjelh Baqiya	Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya	Metode Pembuatan Nanomaterial Magnetik Fe ₃ O ₄ (Magnetite) Dari Pasir Besi Alam
15	Mashuri, S.Si., M.Si	Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya	Metode Pembuatan Bahan Penyerap Gelombang Radar dari Baku Pasir Besi
16	Januarti Jaya Ekpautri, Dr.Eng., ST., MT	Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya	Komposisi Campuran Beton Ringan Berbahan Lumpur Sidoarjo
17	Bambang Iskandriawan, Dr., Ir., M.Eng	Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya	Sistem Konektor, Sistem Sambungan Dan Sistem Penguat Pada Sepeda Tandem
18	Suraya Kaffi Syafura, Ir., MTA	Politeknik Negeri Lampung	Proses Pembuatan Minyak Buah Makasar (<i>Brucea Javanica</i> (L.) Merr.) Sebagai Feed Additive Organik pada Ternak
19	Sudarmono, ST., MT	Politeknik Negeri Semarang	Gelagar Acuan Perancah yang Mudah Pasang Bongkar Tanpa Tiang untuk Pengecoran Balok-Lantai Gedung Bertingkat
20	Sugeng Ariyono, B.Eng., M.Eng., PhD	Politeknik Negeri Semarang	Mesin Skir Klep Portabel Otomatis untuk Motor Bakar
21	Sahid, ST., MT	Politeknik Negeri Semarang	Turbin Pelton dengan Sudu Basis Konstruksi Elbow

No	Nama	Institusi	Judul Usulan
22	Yusuf Dewantoro Herlambang, ST., MT	Politeknik Negeri Semarang	Turbin Angin Tipe Poros Vertikal Sudu Curved Multiblade Menggunakan Rumah Rotor dan Ekor Pengarah untuk Pembangkit Listrik Tenaga Bayu
23	Iriansyach BM Sangadji, M.Kom	Sekolah Tinggi Teknik PLN	Alat Cerdas Pengaman Berangkas Melalui SMS (ACeB)
24	Tini Surtiningsih, Dr., Ir., DEA	Universitas Airlangga	Metode Pembuatan Formula Pupuk Hayati dari Campuran Bakteri Rhizobium dalam Media Molase dengan Cendawan Mikoriza Arbuskular pada Tanaman Kacang Koro Pedang (<i>Canavalia ensiformis</i> L)
25	Wizna, Prof., Dr., Ir., Hj., MS	Universitas Andalas	Metode Pembuatan Inokulum Fermentasi atau Probiotik <i>Bacillus amyloliquefaciens</i> sebagai aditif Pakan Penghasil Unggas Organik
26	Ellyza Nurdin, Dr., MS	Universitas Andalas	Formulasi Konsentrat Ternak Perah Dengan Penambahan Antioksidan Kunyit Putih (<i>Curcuma Zedoaria</i>)
27	Montesqrit, Dr., SPT., Msi	Universitas Andalas	Produksi Mikrokapsul Minyak Ikan Menggunakan Bahan Pakan sebagai Bahan Penyalut
28	Teti Estiasih, Dr., STP., MP	Universitas Brawijaya	Formula Mix Mie Instan Mengandung Polisakarida Larut Air untuk Terapi bagi Penderita Diabetes
29	Kamaruddin Abdullah, Prof., Dr., IPU	Universitas Darma Persada	Proses dan Sistem Pengering Surya ICDC Hibrid Tipe Pancuran
30	Kamaruddin Abdullah, Prof., Dr., IPU	Universitas Darma Persada	Proses dan Sistem Pengering Surya ICDC Hibrid untuk Industri Kulit Samak
31	Rindra Yusianto, S.Kom., MT	Universitas Dian Nuswantoro Semarang	Alat Pengendali Hama Wereng Coklat dengan Baling-Baling Mekanik dan Corong Penyedot
32	Sri Juari Santosa, Prof., Dr., M.Eng	Universitas Gadjah Mada	Metoda Isolasi Lignin dan Pembuatan Asam Laktat dan Karboksimetilselulosa dan Selulosa Hasil Pemisahan Bertingkat Ampas Tebu
33	Amran Laga, Prof. Dr. Ir., MS	Universitas Hasanuddin	Fermentasi Biji Kakao Kering dengan Menggunakan Media Hidrolisat
34	Tutik Kuswinanti, Prof., Dr., M.Sc	Universitas Hasanuddin	Proses Produksi Tanaman Pisang Tahan Penyakit Layu (<i>Fusarium oxysporum</i> f.sp cubense) dan penyakit darah (Blood disease Bacteria) melalui teknik Induksi Resistensi
35	Amran Laga, Prof. Dr. Ir., MS	Universitas Hasanuddin	Proses Pemurnian Minyak Mandar untuk Mencegah Ketengikan
36	Sartini, Dr., Msi., Apt	Universitas Hasanuddin	Ekstraksi dan Formulasi Kulit Buah Kakao Sebagai Antioxidant Scrub Cream
37	Wellyzar Sjamsuridzal, M.Sc, Ph.D	Universitas Indonesia	Bee Power, Pakan Pengganti Pollen untuk Lebah Madu
38	Mudawamah, Dr., Ir., M.Si	Universitas Islam Malang	Kandang Kelinci dengan Saluran Sanitasi Semi Otomatis Sistem Hidrolik
39	Mardalena, Ir, MP	Universitas Jambi	Model Pembuatan dan Aplikasi Produk Suplemen Antioksidan Serbuk Kulit Nenas Dalam Pakan Kambing Perah
40	Herliati, Ir., MT	Universitas Jayabaya	Pembuatan Dikloropropanol dari Gliserol Limbah Biodiesel
41	Tri Agus Siswoyo, M.Agr., Ph.D	Universitas Jember	Ekstrak Protein Antioksidan dari Biji Melinjo (<i>Gnetum gnemon</i>), Produk dan Kegunaan Sebagai Bahan Nutraceutical Food Supplement

No	Nama	Institusi	Judul Usulan
42	Hery Winarsi, Dr., MS	Universitas Jenderal Soedirman Purwokerto	Susu Kaya Isoflavon Kedelai <i>plus</i> Zn Sebagai Terapi Sindrom Menopause
43	Buhani, dr., M.Si	Universitas Lampung	Alat adsorpsi-desorpsi kontinyu untuk logam berat
44	Joko Priyono, Ir., M.Sc., Ph.D	Universitas Mataram	Pupuk Batuan Silikat Cair dan Proses Pembuatannya
45	Elfi Anis Saati, Ir., MP	Universitas Muhammadiyah Malang	Produk Pewarna Alami dari Pigmen Kulit Buah Naga Merah (<i>Hylocereus costaricensis</i>) dan proses Pembuatannya
46	Agus Jamal, Ir., M.Eng	Universitas Muhammadiyah Yogyakarta	Alat Pendeteksi Dini Banjir Lahar Dingin
47	Sisunandar, Ph.D	Universitas Muhammadiyah Purwokerto	Perbanyakkan Kelapa Kopyor Secara <i>In Vitro</i> Melalui Teknik <i>Embryo Incision</i>
48	Sutrisno, Drs. MT.	Universitas Negeri Malang	Sistem Pengukur Kadar Hemoglobin Dalam Darah Tanpa Melukai Berbasis Komputer (Hemoglobinmeter Non-Invasive Computer Base)
49	B. Sri Umniati, Ir., MT	Universitas Negeri Malang	Portal Beton Bertulangan Bambu Tahan Gempa
50	Hendra Susanto, S.Pd., M.Kes	Universitas Negeri Malang	Metode Pembuatan Minyak Atsiri Tanaman <i>Ageratum conyzoides</i> dengan Kandungan Ageratochromene Tinggi melalui Teknik Ekstraksi Air
51	Sri Handayani, M.Si	Universitas Negeri Yogyakarta	Penggunaan NaOH/ZrO ₂ -montmorilonit Sebagai Katalis Kooperatif untuk Menaikkan Efisiensi Reaksi Kondensai Aldol Silang
52	I Nyoman Tika, Dr., M.Si	Universitas Pendidikan Ganesha	Pengembangan Elektroda Enzim Lipase Termotabil untuk Biosensor dalam Penentuan Gliserida
53	Yoso Wiyarno, Dr., M.Kes	Universitas PGRI Adi Buana Surabaya	Alat Pengisolasi Komponen Senyawa Penyusun Bau Limbah Cair
54	Gempur Santoso, Prof., Dr., M.Kes	Universitas PGRI Adi Buana Surabaya	Desain Kompor Biji Jarak
55	Adrianto Ahmad, Prof., Dr., H., MT	Universitas Riau	Sistem Bioreaktor Sekat Anaerob Dua Fasa Untuk Pengolahan Limbah Cair dengan Beban Organik Tinggi
56	Triana Kusumaningsih, Dr., M.Si	Universitas Sebelas Maret	Resin Poli-tetra-p-allilkaliksi(4)arena sebagai adsorben kation logam berat krom (Cr), Timbal (Pb), Perak (Ag), dan Kadmium (Cd)
57	Sunardi, S.Si.,M.Si	Universitas Setia Budi Surakarta	Metode Pembuatan Tablet Tambah Darah dari Limbah Besi Bengkel Bubut
58	Marlina, Dr., Ir., M.Si	Universitas Syiah Kuala	Pembuatan Membran Poliuretan dari Minyak Jarak Jenis <i>Jatropha Oil</i> dan Berbagai Jenis Isosianat
59	Wahyu Mushollaeni, S.Pi, MP	Universitas Tribhuwana Tunggaladewi	Proses Leaching dan Ekstraksi Natrium Alginat dari <i>Sargassum</i> , <i>Turbinaria</i> dan <i>Padina</i>
60	Kgs Ahmadi, Ir., MP	Universitas Tribhuwana Tunggaladewi	Metode Separasi Fitosterol dari Distilat Deodorizer dengan Teknik Rekrystalisasi Pelarut Suhu Rendah
61	Sapto Priyadi, Ir., MP	Universitas Tunas Pembangunan Surakarta	Daur Ulang sampah Kota Menjadi Sarana Produksi Pertanian Berperan Ganda (sebagai pestisida dan pupuk) dalam Format Asap Cair

(12) PATEN INDONESIA	(11) IDP000051067	(13) B
(19) DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL	(45) 11 May 2018	
(51) Klasifikasi IPC : G01N 30/02, G01N 30/06	(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten : LPPM UNIVERSITAS TRIBHUWANA TUNGGADEWI, Jl. Telaga Warna Tlogomas Malang 65144 INDONESIA, ID	
(21) No. Permohonan Paten : P00201200844	(72) Nama Inventor : Dr. Teti Estiasih, S.T.P., M.P., ID Kgs Ahmadi, Ir., M.P., ID	
(22) Tanggal Penerimaan : 12 Oct 2012	(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten : - - -	
(30) Data Prioritas : (31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara	Pemeriksa Paten : Ir. Kemisno	
(43) Tanggal Pengumuman : 30 May 2013	Jumlah Klaim : 7	
(56) Dokumen Pemandang : -		
(54) Judul Invensi : METODE SEPARASI FITOSTEROL DARI DISTILAT DEODORIZER DENGAN TEKNIK REKRISTALISASI PELARUT SUHU RENDAH		
(57) Abstrak :		

Invensi ini bertujuan untuk separasi fitosterol dari fraksi tidak tersabunkan distilat *deodorizer* yang mengandung fitosterol menggunakan rekristalisasi pelarut suhu rendah. Metode separasi fitosterol dengan teknik rekristalisasi pelarut suhu rendah, dengan tahapan sebagai berikut: melarutkan fraksi tidak tersabunkan menggunakan heksana dengan nisbah fraksi tidak tersabunkan:heksana 1:5,9 melakukan kristalisasi pada suhu -10°C selama 22,52 jam, melakukan penyaringan untuk memisahkan kristal dengan filtrat, melakukan rekristalisasi (kristalisasi kedua) pelarut suhu rendah fraksi kristal dengan pelarut heksana pada nisbah fraksi kristal:pelarut 1:10 dengan suhu 0°C, selama 72 jam. Produk kaya fitosterol yang dihasilkan mempunyai kadar fitosterol sebesar 17,90% terdiri atas stigmasterol 27,01%, kampesterol 14,68%, dan β sitosterol 58,31%.

No Image Available

1
Deskripsi

**METODE SEPARASI FITOSTEROL DARI DISTILAT *DEODORIZER* DENGAN
TEKNIK REKRISTALISASI PELARUT SUHU RENDAH**

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode separasi fitosterol dari fraksi tidak tersabunkan distilat *deodorizer* yang dengan cara rekrystalisasi (kristalisasi dua tahap) menggunakan pelarut heksan pada suhu rendah. Proses kristalisasi pertama menghasilkan dua fraksi, yaitu fraksi cair (filtrat) mengandung vitamin E kaya tokotrienol dan fraksi kristal mengandung fitosterol bersama senyawa lain, seperti squalen, lilin, hidrokarbon lain, dan vitamin E. Proses rekrystalisasi (kristalisasi lanjutan) dilakukan pada fraksi kristal untuk memisahkan fitosterol dari squalen dan senyawa pengotor lain. Kristal dari proses rekrystalisasi (kristalisasi kedua) mengandung konsentrat fitosterol.

20 **Latar Belakang Invensi**

Metode separasi fitosterol bertujuan untuk memisahkan fitosterol dari fraksi kristal dari kristalisasi pelarut suhu rendah fraksi tidak tersabunkan distilat *deodorizer* yang didalamnya masih terdapat senyawa lain seperti squalen, lilin, hidrokarbon lain, dan vitamin E.

Metode separasi fitosterol dengan rekrystalisasi dilakukan dengan menggunakan suhu rendah dan pelarut yang sesuai dengan nisbah fraksi kristal:pelarut tertentu. Penggunaan suhu rendah ditujukan untuk memisahkan fitosterol dengan komponen lain yang tidak mengkristal pada titik beku fitosterol sehingga fitosterol dapat dipisahkan. Pada tahap pemisahan ini dilakukan dua kali kristalisasi. Kristalisasi yang pertama adalah kristalisasi fraksi tidak tersabunkan, yang menghasilkan filtrat dan fraksi kristal. Kristalisasi kedua atau rekrystalisasi adalah kristalisasi kembali fraksi kristal setelah fraksi kristal dilarutkan dalam pelarut yang sesuai.

Separasi dengan rekrystalisasi dilakukan berdasarkan perbedaan *melting point* dari senyawa-senyawa yang ada pada fraksi

kristal dari kristalisasi pelarut suhu rendah yang pertama. Fraksi kristal dari kristalisasi pelarut suhu rendah yang pertama masih mengandung pengotor berupa asam lemak bebas, vitamin E, lilin, dan hidrokarbon lain. Pada suhu rendah yang tepat, senyawa sterol akan mengkristal sedangkan komponen pengotor lainnya tetap cair sehingga ada pada fraksi filtrat atau larut dalam pelarut. Fraksi kristal yang mengandung fitosterol dipisahkan dari larutan melalui penyaringan pada suhu rendah. Metode kristalisasi merupakan metode yang sederhana.

10 Invensi terdahulu untuk memperoleh fitosterol telah dilakukan dengan metode yang berbeda dan/atau bahan baku yang berbeda. Contohnya US Patent No. 2,957,891 tanggal 25 Oktober 1960 adalah tentang pemisahan fitosterol dari bahan tidak tersabunkan yang berasal dari *cooking liquor* pada proses pengolahan *pulp* kertas
15 dengan krsitalisasi dua tahap yaitu menggunakan pelarut dengan kondisi keasaman tinggi dan pelarut dengan kondisi netral atau sedikit alkali. Paten US 2002/0048613 A1 tanggal 25 April 2002 tentang metode ekstraksi minyak coklat (*chocolate oil*) mengandung fitosterol menggunakan pelarut seperti petroleum eter. Penemuan
20 yang dipatenkan dengan nomor paten US 2002/0183530 AI tanggal 5 Desember 2002 berhubungan dengan metode pemurnian konsentrat fitosterol dengan menggunakan cairan bertekanan tinggi. US 6,762,312 B1 tanggal 13 Juli 2004 merupakan paten yang berkaitan dengan proses untuk memproduksi fitosterol dengan kemurnian tinggi
25 melalui kristalisasi dengan campuran pelarut organik dan air atau alkohol rantai pendek. Penemuan yang dipatenkan dengan nomor paten US 7,173,144 B1 tanggal 6 Februari 2007 adalah paten tentang metode untuk mendapatkan fitosterol dengan kemurnian tinggi meliputi saponifikasi menggunakan alkali dalam alkohol rantai pendek dan
30 air dan kemudian dikristalisasi. Paten nomor US2008/0015367 A1 tanggal 17 Januari 2008 adalah metode penyabunan distilat *deodorizer* dengan KOH dalam metanol-air. Fraksi tidak tersabunkan tetap larut dalam campuran tersebut sehingga fitosterol dapat direkoveri karena bersifat tidak larut. Penemuan yang dipatenkan
35 dengan nomor US 7,833,994 B2 tanggal 16 Nopember 2010 adalah proses

untuk mengekstraksi sterol dari serat jagung terhidrolisis menggunakan etanol.

Penggunaan teknik rekristalisasi pelarut suhu rendah pada separasi fitosterol pada invensi ini adalah didasarkan pada perbedaan *melting point* antar komponen yang adapada fraksi kristal dari kristalisasi pelarut suhu rendah yang pertama. Keuntungan metode ini sederhana dan aplikatif dengan menggunakan suhu rendah. Penggunaan suhu rendah sekaligus dapat mencegah kerusakan fitosterol.

Tujuan invensi ini adalah menyediakan metode separasi fitosterol distilat *deodorizer* dengan teknik rekristalisasi pelarut suhu rendah.

Uraian Singkat Invensi

Invensi ini menghasilkan metode yang sederhana untuk menghasilkan fraksi fitosterol dari distilat *deodorizer* dari proses pemurnian minyak makan (*edible oil*). Bahan baku yang digunakan adalah distilat *deodorizer* dengan bahan yang disukai adalah distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) yang terlebih dahulu dilakukan saponifikasi menggunakan KOH dan etanol pada suhu 65⁰C selama 32 menit.

Metode separasi fitosterol dari distilat *deodorizer* mengikuti tahapan-tahapan berikut:

- a. saponifikasi distilat *deodorizer* menggunakan KOH dan etanol
- b. menambahkan air dan heksana ke dalam distilat *deodorizer* yang telah tersaponifikasi
- c. memisahkan fraksi tidak tersabunkan dan fraksi tersabunkan, dengan mendinginkan campuran. Fraksi tidak tersabunkan berada pada lapisan atas (heksana) dan fraksi tersabunkan terletak pada lapisan bawah (larut air).
- d. fraksi tidak tersabunkan, dievaporasi menggunakan *rotary evoporator* untuk menguapkan pelarut heksana.
- e. melarutkan fraksi tidak tersabunkan dari distilat *deodorizer* dengan pelarut heksana
- f. melakukan kristalisasi pelarut suhu rendah

- g. melakukan penyaringan pada suhu rendah
- h. diperoleh filtrat dan fraksi kristal
- i. melakukan kristalisasi kembali fraksi kristal (rekristalisasi) menggunakan pelarut pada suhu rendah
- 5 j. melakukan penyaringan pada suhu rendah
- k. diperoleh fraksi kristal yang merupakan fraksi kaya fitosterol

Uraian Lengkap Invensi

10 Sumber fitosterol yang digunakan adalah distilat *deodorizer* dan yang disukai adalah distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) yang merupakan hasil samping dari proses pemurnian minyak sawit pada tahap deodorisasi berasal dari industri pemurnian minyak sawit kasar (CPO, *crude palm oil*) menjadi RBD PO (*refined bleached*
15 *deodorized palm oil*).

Invensi ini dilakukan dalam tiga tahap, yaitu saponifikasi, kristalisasi pelarut suhu rendah, dan rekristalisasi pelarut suhu rendah. Masing-masing dilakukan dengan pentahapan sebagai berikut:

20 Saponifikasi distilat *deodorizer* dilakukan dengan menggunakan KOH. Sebanyak 100 g distilat *deodorizer* 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 ml KOH 50% (b/v).
25 Erlenmeyer dipanaskan dalam *waterbath* suhu 65°C selama 32 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
30 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 3,75%.

Fraksi tidak tersabunkan dikristalisasi menggunakan pelarut
35 heksana dengan nisbah fraksi tidak tersabunkan:pelarut 1:5,9 pada

suhu -10°C selama 22,52 jam. Selanjutnya melakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat dengan fraksi kristal. Fraksi kristal dikristalisasi kembali menggunakan tiga jenis pelarut, yaitu heksana, etanol, dan isopropanol. Masing-masing pelarut diaplikasikan pada nisbah fraksi kristal dengan pelarut 1:8, pada suhu 5°C selama 72 jam. Dilakukan penyaringan kembali untuk memisahkan kristal yang diperoleh dari fraksi cair (filtrat) yang mengandung senyawa pengotor. Dari hasil percobaan diperoleh bahwa heksana merupakan pelarut terbaik yang menghasilkan kristal dengan kandungan fitosterol sebesar 11,79% (Tabel 1).

Tabel 1. Seleksi jenis pelarut pada proses rekristalisasi kristal mengandung fitosterol

Jenis pelarut	Kadar Fitosterol (%)
Heksana	11,79
Etanol	1,83
Isopropanol	6,18

Proses berikutnya adalah menggunakan pelarut terbaik (heksana) dari tahap sebelumnya untuk digunakan pada kondisi rekristalisasi pelarut suhu rendah untuk menentukan nisbah pelarut:fraksi kristal dan suhu rekristalisasi yang paling baik. Kondisi rekristalisasi yang dilakukan adalah suhu rekristalisasi 0 , 5 , dan 10°C ; nisbah fraksi kristal dengan pelarut 1:6, 1:8, dan 1:10. Rekristalisasi dilakukan selama 72 jam. Selanjutnya dilakukan penyaringan untuk memisahkan kristal yang mengandung fitosterol dan fraksi cair (filtrat) yang mengandung senyawa pengotor. Kadar fitosterol pada kristal yang dihasilkan dari percobaan rekristalisasi fraksi kristal dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Kadar fitosterol (%) pada produk kaya fitosterol distilat *deodorizer*

Nisbah fraksi kristal:pelarut	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)		
	0	5	10
1:6	10,86	7,02	9,16
1:8	11,23	9,26	8,45
1:10	17,90	8,33	10,22

Hasil invensi ini diperoleh bahwa kondisi rekristalisasi fraksi kristal distilat *deodorizer* adalah suhu 0°C , nisbah fraksi kristal dengan pelarut heksana sebesar 1:10, dan lama

rekristalisasi 72 jam menghasilkan kadar fitosterol sebesar 17,90% (stigmasterol 27,01%, kampesterol 14,68%, dan β sitosterol 58,31%).

5

10

15

20

25

Klaim

1. Suatu metode separasi fitosterol dari distilat *deodorizer* yang disukai adalah distilat asam lemak minyak sawit (DALMS) dengan teknik rekristalisasi pelarut suhu rendah, dengan tahapan sebagai berikut:
 - a. melarutkan fraksi tidak tersabunkan distilat *deodorizer* dengan pelarut;
 - b. melakukan kristalisasi pada suhu -10°C selama 22,52 jam;
 - 10 c. melakukan penyaringan untuk memisahkan fraksi kristal dengan filtrat;
 - d. melarutkan kristal yang diperoleh dari tahap c dengan nisbah fraksi kristal:pelarut 1:6 sampai 1:10;
 - e. melakukan rekristalisasi (kristalisasi kedua) dengan suhu rekristalisasi 0 sampai 10°C , dengan lama rekristalisasi 72
15 jam.
2. Suatu metode separasi fitosterol seperti pada klaim 1, dimana pelarut yang digunakan adalah heksana, etanol, isopropanol.
3. Suatu metode separasi fitosterol dengan teknik rekristalisasi pelarut suhu rendah seperti pada klaim 1 dan 2, dimana pelarut yang disukai adalah heksana.
- 20 4. Suatu metode separasi fitosterol dengan rekristalisasi pelarut suhu rendah seperti pada klaim 1, dimana suhu yang digunakan 0°C .
- 25 5. Suatu metode separasi fitosterol dengan rekristalisasi pelarut suhu rendah seperti klaim 1, dimana pelarutan fraksi kristal dari kristalisasi tahap pertama dengan pelarut menggunakan nisbah 1:10.
6. Suatu metode separasi fitosterol dengan rekristalisasi pelarut suhu rendah seperti pada klaim 1, dimana waktu yang digunakan selama 72 jam.
- 30 7. Suatu produk kaya fitosterol yang dihasilkan menurut klaim 1-6, dimana kadar fitosterol adalah 17,90% yang terdiri dari: stigmasterol 27,01%, kampesterol 14,68%, dan β sitosterol
35 58,31%.

