



REPUBLIK 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 : UNIVERSITAS SURABAYA
Jalan Ngagel Jaya Selatan No. 169
Kel. Batarajaya, Kec. Gubeng, Kota Surabaya
Jawa Timur, 60284

Untuk Invensi dengan Judul : PROSES PEMBUATAN KOMPOSIT CARBON NANOTUBES TERKARBOKSILASI - KALSIUM ALGINAT

Inventor : Dr. Ir. Puguh Setyopratomo, M.T.

Tanggal Penerimaan : 06 Oktober 2022

Nomor Paten : IDS000008386

Tanggal Pemberian : 13 Juni 2024

Pelindungan 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
u.b.

Direktur Paten, Desain Tata Letak Sirkuit Terpadu dan
Rahasia Dagang



Sri Lastami
Dra. Sri Lastami, S.T., M.IPL.
NIP. 196512311991032002



(12) PATEN INDONESIA

(11) IDS000008386 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 13 Juni 2024

(51) Klasifikasi IPC⁸: C 01B 32/158(2017.01)

(21) No. Permohonan Paten: S00202210987

(22) Tanggal Penerimaan: 06 Oktober 2022

(30) Data Prioritas:

(31) Nomor

(32) Tanggal

(33) Negara

(43) Tanggal Pengumuman: 11 Oktober 2022

(56) Dokumen Pemandang:

CN110743398B

CN110773006B

Impregnation of multiwall carbon nanotubes in alginate beads dramatically enhances their adsorptive ability to aqueous methylene blue, March 2018 Chemical Engineering Research and Design 133 DOI:10.1016/j.cherd.2018.03.026

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten:
UNIVERSITAS SURABAYA
Jalan Ngagel Jaya Selatan No. 169
Kel. Batarajaya, Kec. Gubeng, Kota Surabaya
Jawa Timur, 60284

(72) Nama Inventor:

Dr. Ir. Puguh Setyoprato, M.T., ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten:

Pemeriksa Paten: Yuristiana Yudianti, ST. MH.

Jumlah Klaim: 1

(54) Judul Invensi: PROSES PEMBUATAN KOMPOSIT CARBON NANOTUBES TERKARBOKSILASI - KALSIMUM ALGINAT

(57) Abstrak:

Invensi ini terkait proses pembuatan komposit untuk adsorpsi polutan organik di air. Invensi ini adalah proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat dengan komposisi kandungan *carbon nanotubes* pada rentang 6,88 - 15,67 %berat dan kandungan kalsium alginat antara 84,33 - 93,12 %berat. Proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat ini melalui beberapa perlakuan dan pencampuran bahan-bahan kimia dalam suatu rangkaian tahapan tertentu. Langkah pertama adalah melakukan preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi. Langkah selanjutnya adalah preparasi komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat dengan mendispersi *carbon nanotubes* dalam aquades dan mencampurkan dispersi *carbon nanotubes* tersebut dengan suspensi natrium alginat sehingga terbentuk koloid. Kemudian menambahkan larutan koloid tersebut tetes demi ke dalam larutan CaCl₂ sambil melakukan pengadukan.



**PROSES PEMBUATAN KOMPOSIT CARBON NANOTUBES TERKARBOKSILASI -
KALSIUM ALGINAT**

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginate. Lebih khusus lagi invensi ini adalah proses pembuatan komposit *carbon nanotube* terkarboksilasi - kalsium alginat dengan komposisi kandungan *carbon nanotubes* terkarboksilasi pada rentang 6,88 - 15,67 %berat dan kandungan kalsium alginat antara 84,33 - 93,12 %berat yang proses pembuatannya berlangsung 2 tahap yaitu tahap preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi dan tahap sintesa komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat.

Latar Belakang Invensi

Penggunaan produk pewarna yang tidak dapat dihindari di berbagai industri menyebabkan pencemaran lingkungan akibat pembuangan limbah industri yang tidak diolah. Selama proses pewarnaan, sekitar 15% dari total produksi pewarna akan dilepaskan ke lingkungan terbawa aliran limbah cair. Pembuangan limbah tekstil yang tidak diolah ke dalam air merupakan salah satu sumber utama kontaminasi air. Kehadiran pewarna dalam air akan menghambat penetrasi cahaya dan menurunkan intensitas fotosintesis pada tanaman air. Selain itu, banyak pewarna dilaporkan memiliki biodegradabilitas rendah dan sangat karsinogenik. Oleh karena itu, penting untuk mengolah limbah pewarna sebelum dibuang ke lingkungan.

Teknologi untuk menghilangkan polutan organik, seperti pewarna, saat ini terus di kembangkan oleh banyak peneliti di berbagai negara. Diantaranya, metode yang paling umum digunakan adalah metode fisik seperti adsorpsi, metode biologis seperti biodegradasi, dan metode kimiawi seperti klorinasi dan ozonasi. Saat ini, metode adsorpsi sangat mudah dan telah banyak

Ub



digunakan dalam pengolahan polutan dalam air. Berbagai adsorben seperti karbon aktif, sepiolite, vermiculite, *carbon nanotubes* telah banyak dikembangkan dan diimplementasikan di skala komersial.

5 *Carbon nanotubes* adalah jenis baru dari sorben dengan keunggulan kapasitas adsorpsi yang besar. *Carbon nanotube* memiliki luas permukaan spesifik yang besar dan telah ditemukan kegunaannya sebagai adsorben untuk kontamin anorganik dan anorganik dalam air.

10 Sejak ditemukan pada tahun 1991, *carbon nanotubes* telah menarik banyak perhatian karena sifat uniknya. *Carbon nanotubes* dapat divisualisasikan sebagai lembaran grafit yang telah digulung menjadi sebuah tabung, dan dibagi menjadi tabung nano karbon berdinding banyak/multiwalled *carbon nanotubes* dan tabung
15 nano karbon berdinding tunggal/singlewalled *carbon nanotubes* (Liang et al., (2008), *Multiwalled carbon nanotubes microcolumn preconcentration and determination of gold in geological and water samples by flame atomic absorption spectrometry, Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy*,
20 63(6), 714-717. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2008.04.002>). Multiwalled *carbon nanotubes* menunjukkan karakteristik luas permukaan yang besar, distribusi ukuran pori yang terkontrol, dan memiliki kekuatan tekan yang besar (Boukhalifa et al., (2019), *Maghemite/alginate/functionalized multiwalled carbon nanotubes beads formethylene blue removal: Adsorption and desorption studies, Journal of Molecular Liquids*, 275, 431-440. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.11.064>).

Namun kelemahan penggunaan *carbon nanotubes* sebagai adsorben adalah ukuran partikelnya yang sangat kecil sehingga
30 jika diaplikasikan pada skala industri akan menghasilkan *pressure drop* yang sangat tinggi yang akan mengakibatkan aliran berhenti. Untuk mengatasi masalah ini salah satu alternatifnya adalah dengan membuat komposit *carbon nanotubes* dengan bahan lain sehingga *carbon nanotubes* akan terikat dan terdispersi pada
35 bahan lain sehingga ukuran partikel sorben tersebut menjadi lebih besar. Dengan demikian permasalahan tingginya *pressure*



drop pada aplikasi skala industri secara kontinu dapat dihindari dan keaktifan *carbon nanotubes* sebagai sorben polutan tetap bisa dipertahankan.

5 Salah satu bahan yang bisa dikompositkan dengan *carbon nanotubes* untuk aplikasi sorben khususnya polutan zat warna adalah kalsium alginat. Kalsium alginat memiliki luas permukaan yang besar dan kalsium alginate sendiri juga memiliki kemampuan sorpsi terhadap polutan-polutan organik seperti zat warna.

10 Penelusuran melalui <http://www.uspto.gov> tidak didapatkan paten untuk komposit *carbon nanotubes calcium alginat*. Penelusuran melalui <http://patents.google.com> hanya didapatkan paten dengan No. CN110743398B yang berupa paten pembuatan komposit yang mirip yaitu paten pembuatan komposit membran filter antibakteri hidrogel komposit kalsium alginat /*carbon*
15 *nanotubes* yang didoping ion tanah jarang. Invensi tersebut mengungkapkan metode pembuatan komposit membran filter antibakteri hidrogel komposit kalsium alginat /*carbon nanotubes* yang didoping ion tanah jarang. Metode yang di patenkan adalah melarutkan *carbon nanotubes* terkarboksilasi dan natrium alginat
20 dalam air untuk mendapatkan larutan membran tuang, menggores (*scrapping*) larutan membran tuang ke dalam membran, dan merendam membran dalam larutan garam kalsium untuk mendapatkan ikatan *crosslinkng* penuh untuk mendapatkan membran hidrogel kalsium alginat yang mengandung *carbon nanotubes* terkarboksilasi. Hasil
25 lain dari penelusuran melalalui <http://patents.google.com> adalah patent dengan No. paten CN110773006B yaitu berupa paten metode preparasi membran penyaringan antibakteri hidrogel yang mengandung oksida tembaga/tembaga oksida/*carbon nanotubes*. Metode preprarasi yang di klim pada paten tersebut antara lain
30 adalah penggunaan *carbon nanotubes* terkarboksilasi, garam tembaga terlarut, natrium alginat dan natrium hidroksida sebagai bahan baku, menyiapkan campuran oksida tembaga, tembaga oksida, *carbon nanotubes* dan alginat dengan metode hidrotermal, menghilangkan molekul dan ion kecil setelah dialisis, dan
35 kemudian mencampur dengan natrium alginat dan dilarutkan dalam air untuk mendapatkan larutan tuang. Lebih lanjut, penelusuran



melalui *Japan Patent Office* <http://www.jpo.go.jp> menunjukkan tidak ada paten terkait komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat. Penelusuran melalui <https://www.sciencedirect.com/> diketahui bahwa komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat pernah diteliti kemampuan adsorpsinya terhadap zat warna metilen biru (Wang, Bing et al. (2018), Impregnation of multiwall carbon nanotubes in alginate beads dramatically enhances their adsorptive ability to aqueous methylene blue, *Chemical Engineering Research and Design* 133, 235-242). Namun pada penelitian tersebut ada kelemahan dan masalah yaitu tidak dilakukan studi pengaruh besarnya kandungan *carbon nanotubes* dalam komposit terhadap kemampuan menghilangkan (removal) zat warna metilen biru dalam air dan tidak melalui tahap preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi.

15

Uraian Singkat Invensi

Tujuan invensi ini adalah untuk mengatasi masalah dan kelemahan invensi pembanding (yang di publikasi di Jurnal), dengan menyediakan proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat dengan kandungan *carbon nanotubes* dalam komposit bervariasi.

Invensi ini menghasilkan proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat dengan komposisi kandungan *carbon nanotubes* pada rentang 6,88 - 15,67 %berat dan kandungan kalsium alginat antara 84,33 - 93,12 %berat. Metode untuk menghasilkan komposit ini terdiri dari 2 tahap proses yaitu tahap preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi dan tahap sintesa komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat.

Di dalam komposit, *carbon nanotubes* akan terikat di dalam struktur kalsium alginat, terdispersi dan tetap bisa mempertahankan kemampuannya sebagai sorben polutan organik yang terlarut dalam media cair.



Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginate dengan kandungan *carbon nanotubes* pada rentang 6,88 - 15,67 %berat dan kandungan kalsium alginat antara 84,33 - 93,12 %berat. Kondisi khususnya sebelum diproses menjadi komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginate, *carbon nanotubes* dikarboksilasi terlebih dahulu dengan menggunakan larutan asam nitrat dan asam sulfat.

10 Proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat ini melalui beberapa perlakuan dan pencampuran bahan-bahan kimia dalam suatu rangkaian tahapan tertentu. Langkah pertama adalah melakukan preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi. Proses ini dilakukan dengan mensuspensikan
15 *carbon nanotubes* dalam larutan yang mengandung campuran terkonsentrasi $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$). Kemudian mensionikasi dan dilanjutkan mencuci padatan yang dihasilkan dengan air suling dan mengeringkannya dalam oven.

Langkah selanjutnya adalah preparasi komposit *carbon*
20 *nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat. Preparasi komposit dilakukan dengan mendispersi *carbon nanotubes* terkarboksilasi dalam aquades. Selanjutnya mencampurkan dispersi *carbon nanotubes* terkarboksilasi tersebut secara menyeluruh dengan suspensi natrium alginat sehingga terbentuk koloid. Kemudian
25 menambahkan larutan koloid tersebut tetes demi tetes ke dalam larutan CaCl_2 sambil melakukan pengadukan. Mendinginkan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat yang terbentuk semalam. Selanjutnya mencuci padatan komposit yang terbentuk dengan aquades untuk menghilangkan natrium, partikel
30 sisa *carbon nanotubes*, dan ion kalsium yang tidak terikat dalam komposit. Tahap akhir adalah mengeringkan komposit yang telah dicuci tersebut dalam oven.



Klaim

1. Proses pembuatan komposit berbasis *carbon nanotubes* kalsium alginat yang terdiri dari:

5 Tahap 1: Preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi, yang terdiri dari sub-tahap sub-tahap berikut:

a. mensuspensikan *carbon nanotubes* murni dalam larutan yang mengandung campuran terkonsentrasi HNO₃/H₂SO₄ (1:3 v/v).

10 b. mensonikasi selama 3 jam pada 40 ° C.

c. mencuci padatan *carbon nanotubes* yang telah dikarboksilasi tersebut dengan air suling tiga kali.

d. mengeringkan *carbon nanotubes* terkarboksilasi yang telah dicuci tersebut pada suhu 50°C dalam semalam.

15 Tahap 2: Sintesa komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat, yang terdiri dari sub-tahap sub-tahap berikut:

a. membuat larutan dispersi *carbon nanotubes* terkarboksilasi dengan mendispersikan 0,1 gram *carbon nanotubes* dalam 10 ml aquades.

20 b. membuat larutan natrium alginat dengan melarutkan 0,4 gram bubuk natrium alginat dalam 40 ml aquades yang diaduk hingga homogen.

c. Memasukkan kedua larutan yang telah disiapkan tersebut ke dalam beaker glass dengan pengadukan hingga menjadi larutan koloid.

25 d. menyiapkan larutan kalsium khlorida dengan melarutkan 2,7745 gram bubuk kalsium khlorida dalam 250 ml aquades.

e. Memasukkan larutan koloid yang telah dibuat sebelumnya ke dalam corong pisah yang kemudian meneteskan sedikit demi sedikit kedalam larutan kalsium khlorida dengan melakukan pengadukan hingga larutan koloid dalam corong pisah habis.

30 f. mendinginkan semalam hasil reaksi dari tetesan larutan koloid dalam larutan kalsium khlorida, yang merupakan

35



produk akhir yang berupa komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat basah.

- 5 g. melakukan pencucian terhadap produk akhir komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat menggunakan aquades untuk menghilangkan kalsium khlorida yang berlebih yang kemudian melakukan pengeringan dengan oven selama semalam.



Abstrak

**PROSES PEMBUATAN KOMPOSIT CARBON NANOTUBES TERKARBOKSILASI -
KALSIUM ALGINAT**

5
10
15
20

Invensi ini terkait proses pembuatan komposit untuk adsorpsi polutan organik di air. Invensi ini adalah proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat dengan komposisi kandungan *carbon nanotubes* pada rentang 6,88 - 15,67 %berat dan kandungan kalsium alginat antara 84,33 - 93,12 %berat. Proses pembuatan komposit *carbon nanotubes* terkarboksilasi - kalsium alginat ini melalui beberapa perlakuan dan pencampuran bahan-bahan kimia dalam suatu rangkaian tahapan tertentu. Langkah pertama adalah melakukan preparasi *carbon nanotubes* terkarboksilasi. Langkah selanjutnya adalah preparasi komposit *carbon nanotubes* kalsium alginat dengan mendispersi *carbon nanotubes* dalam aquades dan mencampurkan dispersi *carbon nanotubes* tersebut dengan suspensi natrium alginat sehingga terbentuk koloid. Kemudian menambahkan larutan koloid tersebut tetes demi ke dalam larutan CaCl_2 sambil melakukan pengadukan.