



**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 Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten

**UNIVERSITAS ANDALAS  
Kampus Limau Manis Kota Padang, 25163  
INDONESIA**

Untuk Invensi dengan Judul

**: PROSES PEMBUATAN FOTOKATALIS  $TiO_2$ , MESOPORI  
DENGAN *CROSS LINK* KITOSAN**

Inventor

**: Yetria Rilda**

Tanggal Penerimaan

**: 25 November 2015**

Nomor Paten

**: IDP000045979**

Tanggal Pemberian

**: 19 Mei 2017**

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.



00-2017-192279

**a.n MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA  
REPUBLIK INDONESIA  
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL  
u.b.**

**Direktur Paten, Desain Tata Letak  
Sirkuit Terpadu dan Rahasia Dagang,**

**Ir. Timbul Sinaga, M.Hum.  
NIP. 196202021991031001**

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000045979 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL  
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 19 Mei 2017

(1) Klasifikasi IPC<sup>8</sup> : C 01G 23/00

No. Permohonan Paten : P00201507656

Tanggal Penerimaan: 25 November 2015

Data Prioritas :

31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

Tanggal Pengumuman: 02 September 2016

Numeral Pembanding:

101805019 A

1.349.141 B2

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :  
UNIVERSITAS ANDALAS  
Kampus Limau Manis Kota Padang, 25163  
INDONESIA

(72) Nama Inventor :  
Yetria Rilda, ID

Pemeriksa Paten : Ir. Ahmad Fauzi

Jumlah Klaim : 5

PROSES PEMBUATAN FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub> MESOPORI DENGAN CROSS LINK KITOSAN

ini berkaitan dengan suatu inovasi baru dalam memilih senyawa aditif dari bahan organik untuk memodifikasi morfologi prinsipnya untuk meningkatkan kinerja fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada daerah tropis. Performa ini diharapkan dapat memberikan manfaat signifikan ketika produk diaplikasikan sebagai senyawa antimikroba. Metode sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori pada invensi ini mengkondisikan 3 tahapan proses sol-gel, yaitu a) komposisi stoikiometri bahan dasar, (b) kondisi operasional kondensasi (c) kontrol ukuran dan interaksi antar partikel. Produk TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari metode dan komposisi sesuai invensi ini memiliki ukuran partikel rata-rata 25 nm, luas permukaan spesifik 308 - 106 m<sup>2</sup>/g, diameter pori rata-rata 30- 65 Å, berdasarkan kurva N<sub>2</sub>-adsorpsi adalah tipe IV. Menunjukkan produk TiO<sub>2</sub> bersifat mesopori



Deskripsi**Proses Pembuatan Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  Mesopori  
dengan Cross link Kitosan**

5

**Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan penggunaan senyawa aditif kitosan sebagai *cross link* matriks  $\text{TiO}_2$  dan filler  $\text{SiO}_2$  dan *template* cetakan pori, untuk memodifikasi morfologi produk  $\text{TiO}_2$  mesopori. Khususnya peningkatan aktifitas fotokatalis terkait pada morfologi (Ukuran mesopori 2-50 nm, porositas dan Struktur Anatase.

**Latar Belakang Invensi**

15 Titania ( $\text{TiO}_2$ ) adalah material yang dikenal luas sebagai fotokatalis didasarkan pada sifat semikonduktornya. Beberapa keunggulan  $\text{TiO}_2$  dibandingkan dengan oksida logam yang lain adalah band gap besar 3,02-3,20 eV, fotoreaktif, inert secara kimia dan biologi, anti korosi, tidak toksik (*non toxic*) (Hung et al.,  
20 2007. Disamping itu yang lebih menarik dari fotokatalis  $\text{TiO}_2$  adalah mempunyai daerah transmisi sinar yang lebar (UV / Vis), sehingga katalis ini dapat diaplikasi pada lingkungan tropis dengan sumber energi dari cahaya matahari. Penyerapan sinar diperlukan untuk aktifitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  yang terkait dengan  
25 kemampuannya untuk melepaskan radikal  $\text{O}_2^*$ ,  $\text{OH}^*$  akibat proses oksidasi dan reduksi dari elektron - hole pada permukaan  $\text{TiO}_2$  (Hoffmann et al., 1995). Radikal  $\text{O}_2^*$ ,  $\text{OH}^*$  merupakan senyawa oksidatif yang sangat reaktif untuk mendekomposisi beberapa polutan antara lain berasal dari zat warna, peptisida dan  
30 beberapa spesies mikroba patogen (Miyake et al., 2004). Untuk lebih aplikatif penerapan  $\text{TiO}_2$  di lingkungan tropis dengan sumber sinar dominan tampak (Vis-Visible), diperlukan struktur morfologinya yang sangat terkait dengan kondisi tersebut dalam hal ini adalah perlu modifikasi band gap  $\text{TiO}_2$  dengan senyawa  
35 aditif, struktur anatase, ukuran *nanoscale* dengan luas permukaan

lebih besar, membentuk katalis berpori. Performa katalis ini dapat meningkatkan sifat fisikokimia, sifat optik dan sifat katalitik  $\text{TiO}_2$ , sehingga kinerja katalis lebih efektif.

$\text{TiO}_2$  yang tersedia secara komersial memiliki aktifitas rendah karena memiliki struktur campuran anatase-rutil, tingkat kristalinitas rendah, sinar yang dibutuhkan untuk proses fotokatalisisnya adalah sinar UV, dan tidak berpori. Beberapa penelitian yang telah dilakukan adalah melalui penambahan dopant dari senyawa anorganik berupa Pt, Au, Ag yang membentuk cluster dengan permukaan  $\text{TiO}_2$ , (Wang et al., 2005), dopant alkali (He et al., (2002), halida (Yu et al., 2006), lantanida (Liqiang et al., 2004, transisi (Karvinen, 2003) beberapa senyawa oksida logam dengan energi gap kecil cluster ( $\text{TiO}_2 - \text{SnO}_2$ ), ( $\text{V}_2\text{O}_5 - \text{TiO}_2$ ), ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ ) (Grzybowska et al., 2002). Produk  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh memiliki aktifitas fotokatalis rendah dan bekerja pada sinar UV. Yetria. R (2010), melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan metoda sol-gel yaitu modifikasi menggunakan ion dopant dari golongan transisi Fe, Co, Ni, Cu, Zn, alloy doble (Fe-Ni, Ni-Cu dan alloy triple(Fe-Cu-Ni). Produk  $\text{TiO}_2$  memiliki morfologi (nanoscale dengan luas permukaan (45 - 71)  $\text{m}^2/\text{g}$  dan telah diaplikasi sebagai senyawa inhibisi enam spesies mikroba patogen. Yetria, R (2011) menggunakan matriks  $\text{SiO}_2$  sebagai filler ternyata dapat meningkatkan kestabilan fase struktur titania anatase terhadap panas yaitu temperatur  $900^\circ\text{C}$  dengan tingkat kristalisasi yang tinggi. Pemilihan  $\text{SiO}_2$  sebagai filler pada sintesis  $\text{TiO}_2$  berdasarkan atas pertimbangan karena bersifat asam, adsorpsi dan kemampuannya untuk tukar kation, struktur dasarnya mampu mengembang (*swellable*) secara teoritis memberikan kemudahan untuk memodifikasi ukuran pori. Qiaomin, Wu Rock Hill, Shen Jian, Chen Qiang (CN 101805019 A), menggunakan senyawa aditif nitrogen dari senyawa styrene, polivinilpirolidon untuk mendapatkan  $\text{TiO}_2$  berongga dengan beberapa aditif dari bahan kimia.

Berdasarkan beberapa penelitian yang ditelusuri dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  dan usaha untuk meningkatkan kinerja aktifitas fotokatalis pada daerah sinar tampak, maka penggunaan kitosan sebagai *cross link* dan template cetakan pori memiliki beberapa keunggulan, murah karena berasal dari limbah organik, berupa polisakarida yang dibutuhkan pada reaksi polikondensasi dalam pembentukan gel, mudah terdegradasi pada suhu tinggi untuk memfasilitasi pembentukan kristal. Peran kitosan dapat meningkatkan jumlah terdispersi *filler*  $\text{SiO}_2$  pada  $\text{TiO}_2$  karena gugus spesifik yang dimilikinya, sehingga terjadi *cross link* reaksi antar muka antara  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{SiO}_2$  lebih sempurna untuk membentuk *core-shell* yang stabil. Dengan melakukan pengaturan kondisi proses sol-gel, antara lain pengaturan suhu dan waktu sol dan pemeraman gel, suhu kalsinasi, dengan tujuan untuk memperoleh kondisi optimum dimana peran kitosan yang sangat mempengaruhi proses reaksi sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan morfologi mesopori. Min-Chao Chang (US 8349141 B2) melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan senyawa ionik untuk sintesis kristal  $\text{TiO}_2$  diperlukan senyawa ionik sebagai kontrol pembentukan kristal, dengan metoda sintesis yang digunakan cukup rumit yaitu metoda kombinasi sol-gel dan iradiasi *microwave*. Pada invensi pembuatan  $\text{TiO}_2$  digunakan senyawa surfaktan terdiri dari (surfaktan anionik SDS (Sodium Dodesil Sulfate) dan kationik CTAB (Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide) dan DTAB (Diethyl Trimethyl Ammonium Bromide) sebagai pendistribusi pori agar lebih homogen tanpa teraglomerasi.

#### **Ringkasan Invensi**

Sesuai invensi ini dipilih sol-gel sebagai metoda pembuatan  $\text{TiO}_2$  mesopori karena proses sederhana, mudah mengatur komposisi bahan dasar, kehomogenan produk tinggi. Komposisi bahan dasar sesuai invensi ini terdiri dari kombinasi TIP (Titanium Iso propoksida) sebagai sumber  $\text{TiO}_2$ , TEOS (Tetra Etylen Ortho Silikat) sebagai sumber  $\text{SiO}_2$ . Sedangkan metode sesuai untuk

invensi ini meliputi tahap-tahap ; Membuat campuran sol Ti dan Si dalam media Isopropanol dengan perbandingan molar komposisi stoikiometri 1 : 1, 2 : 1 dan 1 : 2. Pembentukan sol yang stabil dan homogen setelah bahan dasar terhidrolisis dengan sempurna ; pembentukan pasta gel setelah proses kondensasi berlangsung pada waktu pemeraman ; Sintering pasta gel agar diperoleh kristalinitas anatase yang tinggi dari  $\text{TiO}_2$  mesopori

#### Uraian Singkat Gambar

10 Gambar 1. Pola SEM memperlihatkan pembentukan produk  $\text{TiO}_2$  mesopori dan pola PSA memperlihatkan keseragaman ukuran.

Gambar 2. Pola  $\text{N}_2$ -Adsorpsi/Desorpsi adalah tipe IV memperlihatkan produk  $\text{TiO}_2$  berkrakter mesopori, luas permukaan spesifik 308 - 106  $\text{m}^2/\text{g}$  dan diameter pori rata-rata 30- 65  $\text{Å}$ .

15 Gambar 3. Memperlihatkan pola TEM untuk menentukan ukuran mesopori (nm).

#### Uraian Lengkap Invensi

20 Sebagaimana telah dikemukakan pada latar belakang invensi bahwa morfologi produk  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan melalui pelapisan filler  $\text{SiO}_2$  dan peran kitosan sebagai *cross link* dan *template* cetakan pori, dapat memodifikasi morfologi untuk meningkatkan aktifitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$ . Karena terkait dengan adanya perubahan morfologi sebagai efek dari senyawa-senyawa tersebut pada pembuatan  $\text{TiO}_2$ .

Kitosan merupakan senyawa polisakarida yang diperoleh dari limbah udang. Kitosan memiliki gugus-gugus spesifik yang dimilikinya yaitu gugus hidroksil dan amina, melalui gugus-gugus ini dapat membentuk *cross link* melalui ikatan hidrogen dengan bahan dasar  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{SiO}_2$  pada pH = 11. Terdispersinya  $\text{SiO}_2$  pada permukaan  $\text{TiO}_2$  dapat memperbesar luas permukaan katalis, dan sifat asam dari  $\text{SiO}_2$  dapat meningkatkan sisi aktif dari katalis. Interaksi tersebut dapat dimediasi oleh adanya kitosan. Untuk

mengoptimalkan pembuatan  $\text{TiO}_2$  mesopori diperlukan modifikasi terhadap : proses sol-gel karena proses sederhana, mudah memodifikasi komposisi bahan dasar, kehomogenan ukuran. Komposisi bahan dari invensi ini terdiri dari kombinasi TIP (Titanium Iso propoksida) sebagai sumber  $\text{TiO}_2$ , TEOS (Tetra Etylen Ortho Silikat) sebagai sumber  $\text{SiO}_2$ . Metode sesuai untuk invensi ini meliputi tahap-tahap ; Membuat campuran Ti dan Si dalam media Isopropanol dengan perbandingan komposisi stoikiometri 0,5 - 2 dengan adanya aditif DEA (DietanolAmin)sampai terbentuk suspensi sol yang stabil dan homogen pada ;membentuk gel melalui pemeraman selama 5 - 15 jam, pada suhu 110 -120<sup>0</sup>C : mensintering pasta gel pada suhu 500 - 600<sup>0</sup>C agar terjadi proses kalsinasi. Produk  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan dari komposisi dan proses pembuatan sesuai invensi ini memiliki morfologi mesopori berdasarkan kurva  $\text{N}_2$ -Adsorpsi/Desorpsi adalah tipe IV dengan ukuran kristal 25 nm memiliki luas permukaan spesifik 308 - 106  $\text{m}^2/\text{g}$  dan diameter pori rata-rata 30- 65 <sup>0</sup>A.

20

25

30

**Klaim**

1. Komposisi bahan untuk katalis  $\text{TiO}_2$  mesopori, terdiri dari kombinasi antara senyawa  $\text{SiO}_2$  sebagai *filler* dan kitosan sebagai *cross link* dan template porositas.
- 5 2. Komposisi bahan sesuai dengan klaim 1, dimana rasio komposisi *filler*  $\text{SiO}_2$  terhadap komposisi matriks  $\text{TiO}_2$  adalah 0,5 - 2 M, lebih disukai 0,5 dan 1 M.
3. Komposisi bahan sesuai dengan klaim 1, dimana rasio komposisi kitosan terhadap matriks  $\text{TiO}_2$  adalah 1 - 5 %, lebih disukai 3 %.
- 10 4. Metode pembuatan  $\text{TiO}_2$  mesopori dengan kristalinitas  $\text{TiO}_2$  anatase dengan cara sol-gel, metoda tersebut terdiri dari tahap-tahap:
  - a. menghidrolisis (sol) dari bahan dasar selama 2 - 10 jam, lebih disukai 6 - 8 jam, pada temperatur kamar;
  - 15 b. mengkondensasi atau pemeraman gel dengan waktu (5 - 20) jam pada temperatur 100 - 120<sup>o</sup>C, lebih disukai 15 jam;
  - c. mengkalsinasi untuk pembentukan  $\text{TiO}_2$  mesopori berstruktur anatase selama 2 - 10 jam pada temperature 250 - 600<sup>o</sup>C, lebih disukai 3-5 jam temperatur 500-550<sup>o</sup>C.
- 20 5. Metode pembuatan  $\text{TiO}_2$  mesopori sesuai dengan klaim 4, dimana pada tahap b surfaktan jenis anionik atau kationik berfungsi untuk menghasilkan ukuran mesopori yang homogen, dengan molar surfaktan terhadap matriks  $\text{TiO}_2$  (0,1 - 0,5)M, lebih disukai 0,3 M.

25

30



Abstrak**Proses pembuatan Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Mesopori  
dengan Cross link Kitosan**

5

Invensi ini berkaitan dengan suatu inovasi baru dalam memilih senyawa aditif dari bahan organik untuk memodifikasi morfologi TiO<sub>2</sub> yang pada prinsipnya untuk meningkatkan kinerja fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada daerah tropis. Performa ini diharapkan dapat memberikan efek yang sangat signifikan ketika produk diaplikasikan sebagai senyawa antimikroba. Metode sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori pada invensi ini adalah dengan mengkondisikan 3 tahapan proses sol-gel, yaitu a) komposisi stoikiometri bahan dasar, (b) kondisi operasional kondensasi dan kalsinasi, (c) kontrol ukuran dan interaksi antar partikel. Produk TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari metode dan komposisi sesuai invensi ini memiliki nanosize 25 nm, luas permukaan spesifik 308 - 106 m<sup>2</sup>/g, diameter pori rata-rata 30- 65 Å, berdasarkan kurva N<sub>2</sub>-Adsorpsi/Desorpsi adalah tipe IV. Menunjukkan produk TiO<sub>2</sub> bersifat mesopori

20

25