

Deskripsi**KOMPOSIT nZVI-KARBON AKTIF DAN PROSES PEMBUATANNYA****5 Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan komposit nZVI-karbon aktif, proses pembuatan, dan produk yang dihasilkannya.

10 Latar Belakang Invensi

Keberhasilan sintesis komposit nZVI (Nano Zero Valent Iron)-karbon aktif ditentukan oleh kondisi pada saat pembentukan. Kondisi yang mempengaruhi tersebut adalah a) temperatur, b) kecepatan pengadukan dan c) komposisi dari nZVI dan karbon aktif. Pada umumnya karbon aktif dapat dibuat melalui tahapan karbonisasi dan aktivasi. Sedangkan sintesis dari nZVI dapat dilakukan dengan cara mereduksi Fe^{2+} menggunakan reduktor $NaBH_4$.

Prinsip kerja dari adsorpsi biasanya ditentukan oleh luas permukaan suatu adsorben. Adsorben yang berasal dari karbon aktif memiliki kemampuan mengadsorpsi yang sangat baik. Hal ini dapat dilihat dari hasil-hasil pengujian yang telah ada. Kemampuan adsorpsi dari karbon aktif yang sangat baik ini disebabkan oleh adanya luas permukaannya yang sangat besar. Disamping itu juga dapat dipengaruhi oleh adanya faktor bahan baku pembentuk karbon aktif.

Limbah tempurung kelapa dari industri kelapa sangat melimpah dan belum dimanfaatkan secara maksimum. Tempurung kelapa memiliki potensi sebagai bahan baku pembuatan karbon aktif. Karbon aktif yang dihasilkan dari tempurung kelapa memiliki mikropori yang banyak dengan kadar abu yang rendah dan kelarutan dalam air yang tinggi (Pambayun *et al*, 2013).

Pada sisi lain, nZVI memiliki kemampuan untuk mereduksi pencemar. Kemampuan ini telah banyak diungkapkan dan diuji dalam beberapa penelitian. nZVI dalam mereduksi pencemar adalah melalui adsorpsi. Namun demikian sistem
5 adsorpsi pencemar oleh nZVI ini memiliki kelemahan oleh karena memudahkan untuk terjadi penggumpalan. Penggumpalan ini mengakibatkan luas permukaan dari nZVI menjadi mengecil yang pada akhirnya mengurangi kemampuannya sebagai adsorben yang sangat reduktif.

10 Berdasarkan karakterisasi terhadap adsorben nZVI ini dapat diungkapkan bahwa nZVI adalah tidak terlalu stabil. Hal ini dapat dilihat oleh karena adanya kecenderungan nZVI untuk menggumpal. Suatu adsorben yang menggumpal akan mengurangi reaktivitasnya dan mobilitasnya. Adanya
15 kelemahan sebagaimana yang dijelaskan pada uraian sebelumnya dapat diatasi dengan cara membuat komposit nZVI-karbon-aktif dari bahan baku tempurung kelapa.

Invensi ini dimaksudkan untuk menyediakan komposit dari penggabungan antara nZVI dengan karbon aktif. Dengan
20 penggabungan ini diharapkan dapat menghasilkan kemampuan adsorpsi dari karbon aktif dan sifat reduktif dari nZVI yang maksimal. Pada akhirnya akan dihasilkan komposit nZVI-karbon aktif yang mempunyai kemampuan adsorpsi yang tinggi dan juga bersifat reduktif. Kedua kemampuan tersebut tidak
25 akan dapat ditemukan pada masing-masing adsorben jika digunakan sendiri-sendiri.

Mueller dan Nowack pada tahun 2006 telah mengungkapkan metode sintesis nZVI dengan beberapa cara. Salah satu diantaranya adalah dengan dengan mereduksi Fe^{2+} dan NaBH_4
30 sebagai reduktor. Invensi sebelumnya yang diuraikan dalam US Patent No. US 200810091054A1, sintesis nZVI dilakukan pada temperatur kamar. Pengungkapan lainnya oleh Tseng et al (2011) yang menguraikan mengenai pembuatan komposit granular karbon aktif (GAC) dengan nZVI untuk mendegradasi

trikloroetilena. Mackenzie *et al* (2008) juga mengungkapkan penggunaan komposit koloidal karbon aktif dengan nZVI untuk remediasi *in-situ* terhadap air tanah.

Dari beberapa pengungkapan mengenai komposit nZVI di atas dapat diketahui bahwa nZVI dapat dihasilkan dengan metode yang simpel. Produk yang dihasilkan akan memiliki sifat yang ramah lingkungan dalam mengatasi pencemar. Menurut Muller and Nowack (2006) dan Noubatep(2010), nZVI tidak hanya efektif menurunkan kontaminan organik, tetapi juga anion anorganik seperti perklorat dan menghilangkan logam terlarut dalam polutan.

Inventor dari invensi ini mengusulkan untuk melakukan sintesis komposit nZVI-karbon aktif pada temperatur yang rendah (antara 10 - 15 °C). Dengan temperature rendah ini dimaksudkan untuk mengurangi oksidasi. Dalam usaha untuk memperoleh partikel komposit dengan ukuran nano harus dilakukan pengadukan dengan kecepatan tinggi (hingga mencapai 650 rpm). Selanjutnya dilakukan penambahan karbon aktif pada saat sintesis tersebut. Karbon aktif ini dimaksudkan untuk mendapatkan adsorben yang mempunyai kemampuan mengadsorpsi dan mereduksi polutan.

Uraian Ringkas Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan komposit nZVI-karbon aktif yang terdiri atas:

a. Membuat karbon aktif dengan tahapan:

- a.1. Menyiapkan tempurung kelapa,
- a.2. Membakar tempurung kelapa pada temperatur 700 °C,
- a.3. Menghaluskan tempurung kelapa yang telah dibakar pada tahapan a2 hingga berukuran 200 mesh,
- a.4. Merendam tempurung kelapa yang sudah halus dari tahap a.3. menggunakan H₂SO₄ pada konsentrasi 4M

dengan perbandingan karbon dan larutan 1:4 (berat/volume),

- 5 a.5. Memanaskan campuran pada tahap a.4. menggunakan magnetic stirrer hot plate dengan putaran magnetik 200 rpm dan temperatur 100 °C,
- a.6. Memanaskan tempurung kelapa yang telah diaktivasi pada tahap a.5. dalam furnace dengan temperatur 300°C selama 2 jam,
- 10 a.7. Mencuci karbon aktif yang dihasilkan pada tahap a.6. dengan akuades sampai pH netral, kemudian direndam dalam 2 % NaHCO₃ (berat/volume),
- a.8. Mencuci karbon aktif pada tahap a.7. dan dikeringkan dalam furnace pada temperatur 500 °C selama 2 jam;
- 15 b. Mensintesis nZVI-karbon aktif pada temperatur 10-15 °C dengan kecepatan pengadukan 650 rpm yang terdiri atas tahapan:
- b.1. Melarutkan Fe₂SO₄ dalam air demineral dan etanol,
- b.2. Mengalirkan gas nitrogen pada air demineral dan etanol selama 30 menit sebelum digunakan sebagai pelarut,
- 20 b.3. Menambahkan karbon aktif dari tahap a. dengan perbandingan nZVI terhadap karbon aktif sebesar 1:3,
- b.4. Menambahkan NaBH₄ yang telah dilarutkan dalam air demineral,
- 25 b.5. Mengalirkan gas nitrogen dalam larutan yang terbentuk pada tahap b.3. dan b.4. sampai terbentuk komponen nZVI-karbon aktif.

Suatu komposit nZVI-karbon aktif yang dibuat dengan proses tersebut di atas dan komposisinya yang terdiri atas 30 Fe 19,84 %, C 55,74 % dan O 24,43 %.

Uraian Singkat Gambar

Gambar 1 adalah diagram alir dari proses pembuatan karbon aktif pada invensi ini.

Gambar 2 adalah proses sintesis komposit nZVI-karbon aktif dari invensi ini.

5

Uraian Lengkap Invensi

Sebagaimana telah dikemukakan pada latar belakang invensi dilakukan dengan mengkomposit nZVI dan karbon aktif pada temperatur rendah (10-15°C) dan kecepatan pengadukan 650 rpm.

Tujuan akhir dari invensi adalah untuk menyediakan produk komposit nZVI-karbon aktif yang memiliki kemampuan tidak hanya dapat mengadsorpsi tetapi juga dapat mereduksi polutan.

Proses pembuatan komposit nZVI-karbon aktif dilakukan dengan menggunakan beberapa tahapan sebagaimana yang diilustrasikan dalam Gambar 1. Tahapan dimaksud dimulai dari penyiapan/preparasi tempurung kelapa, karbonisasi atau pembakaran tempurung kelapa untuk membentuk karbon, aktivasi karbon yang dihasilkan dari tempurung kelapa tersebut, kemudian dilanjutkan dengan mensintesis komposit nZVI-karbon aktif.

Merujuk pada Gambar 1 yang mengilustrasikan diagram alir dari proses pembuatan komposit pada invensi ini dimana dimulai dari tahap penyiapan karbon aktif dari tempurung kelapa. Tempurung kelapa dalam invensi ini digunakan sebagai bahan baku untuk membuat karbon aktif. Tempurung kelapa yang telah terkumpul harus dibersihkan dan dikeringkan untuk menghilangkan pengotor dan menurunkan kadar airnya. Tempurung kelapa yang telah bersih dan kadar air yang telah berkurang tersebut kemudian dipanaskan pada temperatur 700°C dengan waktu selama 2 jam. Pada kondisi

yang demikian tempurung kelapa telah mengalami proses karbonisasi sempurna.

Karbon yang dihasilkan selanjutnya dihancurkan/dilumatkan dengan menggunakan peralatan *mechanical milling* (penggerus/penggiling mekanik) sampai 5 diperoleh serbuk halus dengan ukuran maksimal 200 mesh. Ukuran karbon aktif dibuat sampai 200 mesh untuk mempermudah proses sintesis komposit dengan nZVI yang memenuhi persyaratan ukuran dengan skala nano. Untuk 10 mengaktivasi karbon digunakan larutan H_2SO_4 . Karbon yang yang berukuran 200 mesh ini selanjutnya direndam dengan larutan H_2SO_4 pada konsentrasi 4 M. Perbandingan karbon dan larutan H_2SO_4 adalah 1:4 (berat/volume). Dalam usaha untuk menjaga agar karbon dapat terlarut sempurna dan homogen 15 dilakukan pemanasan dan pengadukan. Pengadukan dilakukan dengan menggunakan peralatan pengaduk (*magnetic stirrer hot plate*) dengan temperatur $100^{\circ}C$ selama 1 jam pada putaran stirer 200 rpm.

Karbon yang telah larut dalam larutan H_2SO_4 selanjutnya 20 dimasukkan kedalam cawan porselin yang kemudian dipanaskan dalam tungku (*furnace*) pada temperatur $300^{\circ}C$ selama 2 jam. Pada akhirnya dihasilkan karbon aktif yang harus dicuci dengan akuades sampai pH netral. Karbon aktif yang ddihasilkan harus direndam dalam 2 % $NaHCO_3$ (berat/volume), 25 untuk menghilangkan kadar H_2SO_4 sehingga diperoleh karbon aktif murni dan bebas larutan H_2SO_4 . Untuk menjamin adanya produk karbon aktif yang bebas asam perlu dilakukan pencucian kembali sampai pH netral. Karbon aktif bebas asam ini kemudian dikeringkan dalam tungku (*furnace*) pada 30 temperatur $500^{\circ}C$ selama 2 jam. Produk yang dihasilkan dilakukan karakterisasi untuk mengetahui kualitas karbon aktif yang dihasilkan. Karbon aktif yang dihasilkan memenuhi standar SNI No.06-3730-1995, yaitu kadar air 1,641 %, kadar abu 0,554 %, daya serap terhadap iodine 960,21

mg/g, daya serap terhadap metyl blue 212,2 mg/g dan luas permukaan yang diukur menggunakan SAA sebesar 398,721 m²/g.

Merujuk pada Gambar 2, proses sintesis komposit nZVI-karbon aktif dilakukan dengan menggunakan karbon aktif yang dihasilkan. Pada sintesis nZVI-karbon aktif dari invensi ini, perbandingan antara nZVI dan karbon aktif adalah 1:3.

Pada percobaan yang dilakukan digunakan sebanyak 20 g Fe₂SO₄ yang dilarutkan dalam 500 mL air dimineral dan etanol. Perbandingan pelarut air dan etanol adalah 3:2 (volume/volume). Sebelum digunakan sebagai pelarut, campuran air dan etanol dialiri gas nitrogen selama 30 menit untuk menghilangkan oksigen dalam larutan. Larutan *ferrosulfate* (besi sulfat) dan karbon aktif yang telah disiapkan dalam proses pembuatan karbon aktif yang telah diuraikan diatas, dicampurkan dengan perbandingan 1:3, kemudian diaduk menggunakan pengaduk pada kecepatan 650 rpm hingga terlarut sempurna sambil tetap dialiri gas nitrogen. Untuk menjaga agar larutan tetap homogen maka pengadukan tetap/terus dilakukan dengan tetap mengalirkan gas nitrogen selama 15 menit. Secara perlahan 2 gr natrium borohidrat (NaBH₄) yang telah dilarutkan dalam 100 mL air dimineral ditambahkan sedikit demi sedikit dengan tetap dilakukan pengadukan. Untuk menjaga stabilitas pelarutan dan reaksi yang terjadi wadah pelarutan/bejana reaksi harus didinginkan dengan es dan temperatur harus dijaga antara 10-15°C.

Pada akhirnya dapat terbentuk komposit yang masih harus dilakukan pencucian menggunakan air dimineral sampai mencapai pH netral. Untuk menghilangkan air yang masih tersisa harus dilakukan pencucian dengan etanol. Kemudian diperoleh komposit nZVI-karbon aktif yang harus dikeringkan dan disimpan dalam *desicator* untuk mempertahankan sifat-sifat fisik dari komposit dimaksud hingga masih dapat digunakan sebagai adsorben dalam kondisi yang maksimum.

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan pengukuran XRD menunjukkan sudut 2θ yang khas yaitu pada 45° yang menunjukkan adanya nZVI dalam komposit. Berdasarkan hasil foto SEM, pada permukaan karbon aktif terlihat besi bervalensi nol yang menempel tidak dalam bentuk agregat. Elemen penyusun komposit berdasarkan EDS menunjukkan Fe 19,84 %, C 55,74 % dan O 24,43 %, yang menunjukkan adanya elemen Fe dan C pada komposit yang sesuai dengan karakterisasi berdasarkan XRD. Karakterisasi berdasarkan FTIR menunjukkan adanya vibrasi antara Fe dan O pada bilangan gelombang $618,29\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan bahwa nZVI telah membentuk komposit dengan karbon aktif. Menurut Swaidan and Ahmad., (2011), munculnya bilangan gelombang $625 - 400\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi logam dengan gugus O (Fe - O).

Tabel.1. Kualitas Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa yang dihasilkan

Jenis Uji	Syarat ^{*)}	Hasil
Kadar Air (%)	Maksimum 15	1,641
Kadar Abu (%)	Maksimum 10	0,554
Daya serap terhadap iodium (mg/g)	Minimal 750	960,21
Daya Serap terhadap metilen biru (mg/g)	Minimal 120	212,1
Luas Permukaan (m^2/g)	> 300	398,721

^{*)} SNI 06-3730-1995

Pada Tabel 1 di atas secara jelas terlihat bahwa hasil uji coba dari karbon aktif yang telah dibuat dari bahan baku tempurung kelapa pada invensi ini telah memenuhi persyaratan yang dibutuhkan oleh SNI 06-3730-1995. Pemenuhan persyaratan ini mutlak diperlukan untuk dapat dimanfaatkan dalam skala industri bagi hasil invensi ini. Dengan demikian membuka peluang pasar untuk mengkomersialkan hasil dari invensi dimaksud.

Klaim

1. Suatu komposit nZVI-karbon aktif nZVI-karbon aktif yang terdiri atas Fe 19,84 %, C 55,74 % dan O 24,43 %.
- 5
2. Proses pembuatan komposit nZVI-karbon aktif yang terdiri atas:
 - a. Membuat karbon aktif dengan tahapan:
 - a.1. Menyiapkan tempurung kelapa,
 - 10 a.2. Membakar tempurung kelapa pada temperatur 700 °C,
 - a.3. Menghaluskan tempurung kelapa yang telah dibakar pada tahapan a.2. hingga berukuran 200 mesh,
 - a.4. Merendam tempurung kelapa yang sudah halus dari tahap a.3. menggunakan H₂SO₄ pada konsentrasi 4M dengan perbandingan karbon dan larutan 1:4
15 (berat/volume),
 - a.5. Memanaskan campuran pada tahap a.4. menggunakan magnetic stirer hot plate dengan putaran magnetic 200 rpm dan temperatur 100 °C,
 - 20 a.6. Memanaskan tempurung kelapa yang telah diaktivasi pada tahap a5 dalam furnace dengan temperatur 300°C selama 2 jam,
 - a.7. Mencuci karbon aktif yang dihasilkan pada tahap a.6. dengan akuades sampai pH netral, kemudian direndam dalam 2 % NaHCO₃ (berat/volume),
25
 - a.8. Mencuci karbon aktif pada tahap a.7. dan dikeringkan dalam furnace pada temperatur 500°C selama 2 jam;
 - b. Mensintesis nZVI-karbon aktif dengan temperatur 10-15 °C dengan kecepatan pengadukan 650 rpm yang mencakup
30 tahapan:
 - b.1. Melarutkan Fe₂SO₄ dalam air demineral dan etanol,
 - b.2. Mengalirkan gas nitrogen pada air demineral dan etanol selama 30 menit sebelum digunakan sebagai pelarut,

- b.3. Menambahkan karbon aktif dari tahap a.4. dan a.5. pada perbandingan nZVI-karbon aktif sebesar 1:3,
 - b.4. Menambahkan NaBH_4 yang telah dilarutkan dalam air demineral,
 - 5 b.5. Mengalirkan gas nitrogen dalam larutan yang terbentuk pada tahap b.3. dan b.4. sampai terbentuk komponen nZVI-karbon aktif.
3. Komposit nZVI-karbon aktif yang dibuat dengan proses
10 sebagaimana yang diungkapkan dalam klaim 2.

Abstrak**KOMPOSIT nZVI-KARBON AKTIF DAN PROSES PEMBUATANNYA**

5 Proses pembuatan dan komposisi komposit nZVI-Karbon Aktif menggunakan karbon aktif yang dibuat dari tempurung kelapa dan nZVI yang disintesis menggunakan Fe_2SO_4 dan NaBH_4 . Invensi ini berkaitan dengan komposisi bahan komposit, yaitu karbon aktif dan nZVI. Karbon Aktif yang digunakan
10 diproduksi melalui tahapan preparasi tempurung kelapa, karbonisasi dan aktivasi menggunakan H_2SO_4 . Karbon aktif yang digunakan memenuhi standar kualitas sesuai SNI dan dapat digunakan sebagai bahan komposit. Proses sintesis nZVI-karbon aktif dilakukan dengan dengan rasio komposisi
15 nZVI-karbon aktif 1:3. Komposit nZVI-karbon aktif yang dihasilkan berupa Fe 19,84 5, C 55,74 % dan O 24,43%. Komposit memiliki luas permukaan 270,846 m^2/g dan volume pori 0,6209.

**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 : AMIK SIGMA PALEMBANG
Jalan Diponegoro Baru (Simpang Kedaung)
Palembang, Sumatera Selatan
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : KOMPOSIT nZVI-KARBON AKTIF DAN METODA PEMBUATANNYA

Inventor : Eka Sri Yusmartini

Tanggal Penerimaan : 26 November 2015

Nomor Paten : IDP000053047


Tanggal Pemberian : 29 Agustus 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

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000053047 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 29 Agustus 2018

(51) Klasifikasi IPC⁸ : B 01J 20/02, B 01J 37/00, B 01J 35/00, B 01J 23/00

(21) No. Permohonan Paten : P00201507737

(22) Tanggal Penerimaan: 26 November 2015

(30) Data Prioritas :

(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(43) Tanggal Pengumuman: 14 Oktober 2016

(56) Dokumen Pemanding:

- 2995374 A1 (seluruh dokumen)
- CN 102335628 A (seluruh dokumen)
- Carbon-nZVI nanocomposites for dechlorination of halogenated hydrocarbons Thesis The University of Western Ontario(seluruh dokumen)
- SINTESIS DAN KARAKTERISASI Fe₀ UNTUK REMEDIASI LINDI Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan 2012 Serpong, 3 Oktober 2012 (seluruh dokumen)
- Pembuatan dan karakterisasi katalis karbon aktif tersulfonasi sebagai katalis ramah lingkungan pada proses hidrolisis biomassa, Jurnal Teknologi Kimia dan Industri, Vol. 2. No. 4, Tahun 2013, Halaman 146-156 (seluruh dokumen)

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
AMIK SIGMA PALEMBANG
Jalan Diponegoro Baru (Simpang Kedaung)
Palembang, Sumatera Selatan
INDONESIA

(72) Nama Inventor :

Eka Sri Yusmartini, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Drs. Said Nafik, M.Si.

Jumlah Klaim : 3

(54) Judul
Invensi : KOMPOSIT nZVI-KARBON AKTIF DAN METODA PEMBUATANNYA

(57) Abstrak :

Proses produksi dan komposisi komposit nZVI-Karbon Aktif menggunakan karbon aktif yang dibuat dari tempurung kelapa dan nZVI yang disintesis menggunakan Fe₂SO₄ dan NaBH₄ Invensi ini berkaitan dengan komposisi bahan komposit, yaitu karbon aktif dan nZVI. Karbon Aktif yang digunakan diproduksi melalui tahapan preparasi tempurung kelapa, karbonisasi dan aktivasi menggunakan H₂SO₄. Karbon aktif yang digunakan memenuhi standar kualitas sesuai SNI dan dapat digunakan sebagai bahan komposit. Proses sintesis nZVI-karbon aktif dilakukan dengan dengan rasio komposisi nZVI-karbon aktif 1:3. Komposit nZVI-karbon aktif yang dihasilkan berupa Fe 19,84 5, C 55,74 % dan O 24,43%. Komposit memiliki luas permukaan 270,846 m²/g dan volume pori 0,6209.