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 DIPONEGORO Jalan Prof. Sudharto, SH, Kampus Undip Tembalang INDONESIA
Untuk Invensi dengan Judul	: PEMBUATAN LAPISAN TIPIS TITANIA DENGAN TEKNIK PENYEMPROTAN
Inventor	: Dr. Heri Sutanto, S.Si., M.Si. Dr. Iis Nurhasanah, S.Si., M.Si. Dr. Eng. Eko Hidayanto, S.Si., M.Si.
Tanggal Penerimaan	: 11 November 2011
Nomor Paten	: IDP000051205
Tanggal Pemberian	: 21 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

000051205

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000051205 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 21 Mei 2018

(51) Klasifikasi IPC[8] : C 02F 1/32, C 02F 1/02 // (C 02F 1:02, 1:32)

(21) No. Permohonan Paten : P00201100715

(22) Tanggal Penerimaan: 11 November 2011

(30) Data Prioritas :
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(43) Tanggal Pengumuman: 30 Mei 2013

(56) Dokumen Pembanding:
US 6,267,944 B
Abbaszadegan dan Morteza, 1997

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
LPPM UNIVERSITAS DIPONEGORO
Jalan Prof. Sudharto, SH, Kampus Undip Tembalang
INDONESIA

(72) Nama Inventor :
Dr. Heri Sutanto, S.Si., M.Si., ID
Dr. Iis Nurhasanah, S.Si., M.Si., ID
Dr. Eng. Eko Hidayanto, S.Si., M.Si., ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Sulhan Fathoni, S.T., M.Si.

Jumlah Klaim : 2

(54) Judul Invensi : PEMBUATAN LAPISAN TIPIS TITANIA DENGAN TEKNIK PENYEMPROTAN

(57) Abstrak :

Invensi ini berhubungan dengan pembuatan lapisan tipis Titania dengan teknik penyemprotan. Gel Titania dibuat dengan mencampurkan larutan Titanium Tetraisopropoxide 0,5 M, Diethylene Glycol, Akuades dan serbuk Titania. Gel Titania digunakan untuk pelapisan kaca dengan cara disemprotkan pada tekanan 30 psi. Hasil pelapisan Titania di atas kaca kuat dengan ketebalan 6,9 nm mempunyai keunggulan kuat, tidak mudah mengelupas serta mempunyai kualitas poli kristal anatase (101),(112) dan (200). Hasil uji komposisi Titanium dan Oksigen sudah stoikiometrik dengan perbandingan atomik Titanium:Oksigen = 35,06%:64,94%. Pola spektrum transmitansi dari lapisan Titania terjadi penurunan tajam transmitansi saat lapisan Titania dikenai spektrum cahaya pada panjang gelombang 362 nm. Hasil serapan optik ini sangat cocok untuk aplikasi foto katalis pada rentang UV sehingga mampu mendegradasi ikatan-ikatan kimia pada suatu medium gas maupun cairan.

Deskripsi

PEMBUATAN LAPISAN TIPIS TITANIA DENGAN TEKNIK PENYEMPROTAN

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan pembuatan lapisan tipis Titania di atas permukaan kaca dengan teknik *spray coating* (Penyemprotan).

Latar Belakang Invensi

Salah satu teknologi yang memungkinkan untuk mengatasi bau maupun kekeruhan air adalah dengan memanfaatkan material foto katalis sebagai foto degradasi polutan dengan menggunakan material oksida semikonduktor. Sistem foto katalis terdiri dari partikel semikonduktor yang dapat bereaksi dengan medium cairan maupun gas. Jika partikel semikonduktor berada di dalam cairan maupun gas dan dikenai cahaya UV baik yang berasal dari cahaya matahari maupun lampu UV, maka akan menghasilkan pasangan elektron dan *hole*. Pasangan elektron dan *hole* ini akan berdifusi ke permukaan partikel semikonduktor tersebut dan menyebabkan proses oksidasi dan reduksi polutan yang terdapat di dalam medium.

Material Titania adalah salah satu material dasar yang telah digunakan untuk bahan kosmetik, sterilisasi, pembersih, maupun pigmen putih pada cat. Material ini mempunyai 3 struktur kristal, yaitu rutile, anatase dan brookite, dimana secara kimia dapat diaktifkan dengan cahaya. Struktur anatase menunjukan sifat foto aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan struktur rutile maupun brookite. Dalam reaksi foto katalis dengan Titania dalam bentuk kristal, anatase Titania dilaporkan sebagai komponen aktif sedangkan dalam bentuk rutile kurang menunjukan aktifitasnya. Titania dengan bentuk kristal anatase dan rutile jika dikenai

sinar UV dengan $\lambda < 385$ nm untuk anatase dan $\lambda = 405$ nm untuk rutile, akan menghasilkan spesies oksidator pada permukaannya. Titania merupakan spesies oksidator kuat yang pada permukaannya. Oleh karenanya Titania mampu mengoksidasi spesies kimia yang mempunyai potensi redoks yang lebih kecil. Pengurangan ukuran kristal berguna untuk menekan rekombinasi foto eksitasi elektron dan *hole*.

Di bawah pengaruh cahaya, material Titania ini mendekomposisi material organik. Prinsip kerja material Titania sebagai foto katalis hampir sama dengan prinsip kerja klorofil pada tumbuhan. Klorofil akan menangkap cahaya matahari untuk mengubah air dan karbon dioksida menjadi oksigen dan glukosa. Foto katalis pada material Titania akan menghasilkan oksidasi yang kuat untuk memecah material organik menjadi air dan karbon dioksida. Proses ini dipenuhi jika dalam reaksi tersebut terdapat material foto katalis itu sendiri, cahaya dan air.

Penelitian Chang W. dan Zhua F., 2000, (Water Research, 34 (2), pp. 407-416) menyatakan peranan material Titania apabila dikenai cahaya UV akan merusak polutan sehingga akan mereduksi keberadaannya di air. Beberapa penelitian yang telah dilakukan dengan sistem aliran air limbah dengan melewatkan air limbah tersebut ke dalam media dengan dosis TiO_2 sebesar 1 gram/liter selama 30 menit sambil diberi paparan cahaya UV dapat membunuh 100% bakteri yang ada di air limbah tersebut. Penelitian lain dengan sistem penjernihan menggunakan cahaya UV dengan panjang gelombang 254 nm telah dapat menghilangkan 99,9999% bakteri patogen dan 99,99% virus (Abbaszadegan dan Morteza, 1997).

Invensi sebelumnya yang dikemukakan oleh Mori Yoshida, (US Patent No. 6.267.944) adalah tentang metode pembuatan larutan untuk lapisan Titania. Metode yang digunakan adalah dengan pencampuran Titanium Peroksida dan larutan Peroksida membentuk gel Titanium Hidrat yang di kalsinasi pada temperatur 80 °C. Dari

penelusuran paten lewat US PATEN (http://patft.uspto.gov) dengan kata kunci Titania and film menemukan 4 daftar paten. Dari ke empat hasil penelusuran, yang ada keterkaitan yaitu *method of preparing a solution for Titania film* dan *Titania ultrathin film and method for producing it*. Namun dari kedua paten tersebut produknya berupa larutan dan polimer. Kedua produk paten tersebut untuk aplikasi pelapisan tidak optimal karena berbentuk amorf, sehingga mekanisme foto katalis dalam medium cair akan mengakibatkan degradasi sendiri dari katalis yang berupa larutan. Selain itu, invensi Titania berbentuk larutan dan polimer untuk aplikasi pada pengolah air limbah akan meningkatkan kandungan kimia akibat terlarutnya medium katalis. Penggunaan serbuk Titania yang disebar secara langsung ke dalam air limbah memiliki kelemahan. Hal ini disebabkan karena ketika proses pembersihan polutan organik telah selesai dilakukan, air menjadi tercemar oleh serbuk Titania.

Invensi yang dimintakan paten kali ini berupa material foto katalis dalam bentuk lapisan tipis Titania yang lebih efektif dibandingkan dalam bentuk larutan maupun serbuk karena mempunyai luas permukaan yang lebih besar sehingga kemampuan membentuk pasangan elektron dan *hole* akibat terjadinya proses foto aktivitas saat menyerap sinar UV semakin banyak. Semakin banyak terbentuk pasangan elektron dan *hole* akan mempercepat proses degradasi polutan khusunya pada medium cair. Di samping keuntungan dalam hal produksi pasangan elektron dan *hole*, lapisan tipis semikonduktor Titania lebih mudah dalam penyimpanan dan aplikasi dalam berbagai tempat, karena lapisan tahan gores dan tidak bisa larut dalam air maupun gas. Pada aplikasi untuk pengolah air limbah, penggunaan Titania dalam bentuk lapisan tipis mempunyai keuntungan yaitu proses degradasi polutan limbah organik dapat dilakukan dengan radiasi UV sinar matahari (hemat energi) atau lampu UV, bahan Titania tidak menimbulkan cemaran

kimia pada hasil pengolahan dan sistem pengolah air limbah menggunakan lapisan Titania bersifat tidak jenuh (sepanjang masa selama tidak terjadi kerusakan fisik pada lapisan yaitu retak/pecah).

Uraian Singkat Invensi

Invensi ini menerangkan tentang pembuatan Gel Titania dan pelapisan Titania di atas kaca dengan teknik penyemprotan. Gel Titania yang diperoleh digunakan sebagai prekursor Titania pada proses pelapisan Titania di atas kaca (substrat) dengan cara disemprotkan dengan tekanan 30 psi dan temperatur substrat sebesar 70 °C dan jarak penyemprotan antara *spray hole* (lubang semprotan) dengan target yaitu 15 cm. Setelah penyemprotan, dihasilkan lapisan tipis Titania yang transparan agar spektrum cahaya tampak dan UV dari sinar matahari mampu dilewatkan dan bersifat foto katalitik. Selanjutnya, lapisan Titania di oven pada temperatur 200 °C selama 30 menit. Lapisan hasil deposisi disintering pada temperatur 450 °C selama 2,5 jam.

Dengan invensi ini, lapisan tipis Titania dengan ketebalan 9,5 nm dapat digunakan sebagai foto katalis pada polutan air limbah yang mampu mereduksi kadar BOD sebesar 73,44% (5,76 mg/l) dan COD sebesar 71,21% (25,22 mg/l) dan menjadi air yang jernih dan tidak berbau.

Uraian Lengkap Invensi

Sebagaimana yang telah dikemukakan pada latar belakang invensi bahwa lapisan tipis Titania yang dideposisi dengan teknik *spray coating* dapat digunakan sebagai material pendegradasi polutan limbah organik air menjadi air bersih. Pembuatan lapisan tipis ini diperoleh melalui beberapa invensi antara lain pembuatan larutan Titanium Tetraisopropoxide,Gel Titania, dan pelapisan Titania. Hasil invensi dapat digunakan untuk pembuatan sistem pengolah limbah cair terutama dari polutan organik menggunakan prinsip degradasi foto katalis. Proses foto katalis dapat berlangsung jika lapisan Titania mendapat paparan sinar UV baik dari lampu maupun sinar matahari. Keuntungan dari invensi ini adalah sifatnya yang tidak jenuh, sehingga dapat digunakan selamanya sepanjang temperatur limbah cair dibawah 300 °C. Hasil pengujian lapisan tipis Titania dengan penyemprotan selama 4 menit dengan uji *x-ray diffractometer* (XRD) menunjukan Sifat polikristal fase anatase dengan beberapa bidang orientasi kristal anatase (101), (112) dan (200) dengan ukuran bulir kristal 6,9 nm. Hasil uji komposisi dari lapisan tipis Titania dengan *energy dispersive of x-ray* (EDS) menunjukan bahwa atom-atom penyusun lapisan tipis Titania pada susbtrat kaca adalah Titanium dan Oksigen sudah stoikiometrik dengan perbandingan atomik Titanium:Oksigen = 35,06%:64,94%.

Hasil uji morfologi permukaan lapisan Titania dengan *scanning electron microscope* (SEM) dengan perbesaran 20.000x menunjukan bahwa terdapat butiran-butiran kecil pada permukaan kaca yang merupakan penyusun kristal Titania dalam bentuk bulir-bulir kristal. Hasil pengujian sifat optik lapisan Titania hasil deposisi menunjukan bahwa transmitansi dari lapisan tipis Titania semakin menurun/berkurang dengan kenaikan temperatur sintering lapisan Titania. Dan secara umum pola spektrum transmitansi dari lapisan Titania hasil deposisi hampir sama, dimana terjadi

penurunan tajam transmitansi pada saat lapisan Titania dikenai spektrum cahaya pada panjang gelombang 362 nm yang bersesuaian dengan celah pita energi sebesar 3,43 eV. Hal ini sangat sesuai dengan spektrum cahaya ultraviolet. Hasil serapan optik ini sangat cocok untuk aplikasi foto katalis pada rentang UV sehingga mampu mendegradasi ikatan-ikatan kimia pada suatu medium gas maupun cairan. Selain itu dari hasil pengujian sifat optik diperoleh fenomena traping elektron pada panjang gelombang ~ 860 nm.

Klaim

1. Metode pembuatan larutan Titanium Isopropoxide 0,5 M sebanyak 100 mL, dengan tahapan sebagai berikut:
   a Mencampurkan secara titrasi Titanium (IV) Klorida sebanyak 21,74 mL dengan 2-Propanol sebanyak 78,26 mL dalam gelas ukur hingga dihasilkan larutan Titanium Isopropoxide berwarna kuning;
   b Selanjutnya larutan Titanium Isopropoxide berwarna kuning ditambahkan 68,79 mL Diethylene Glycol, 5 ml Akuades dan 7,5 gr serbuk Titania kemudian diaduk selama 2 jam dengan pengaduk magnetik hingga diperoleh Gel Titania.

2. Gel Titania sebagaimana klaim 1 digunakan sebagai sumber lapisan tipis Titania yang dilapiskan di atas kaca dengan teknik penyemprotan dengan tahapan sebagai berikut:
   a Membersihkan kaca dengan ukuran panjang 3 inci, lebar 1 inci dengan Aseton dan Metanol masing-masing selama 5 menit menggunakan pencuci ultrasonik;
   b Kemudian kaca dikeringkan dengan cara disemprot gas Nitrogen dan diletakkan di atas pemanas pada temperatur 70 °C;
   c Gel Titania sebagaimana klaim 1 disemprotkan di atas kaca pada tekanan 30 psi;
   d Lapisan hasil penyemprotan dikeringkan dalam oven pada temperatur 200 °C selama 30 menit dan di *sintering* pada temperatur 450 °C selama 150 menit.

Abstrak

PEMBUATAN LAPISAN TIPIS TITANIA DENGAN TEKNIK PENYEMPROTAN

Invensi ini berhubungan dengan pembuatan lapisan tipis Titania dengan teknik penyemprotan. Gel Titania dibuat dengan mencampurkan larutan Titanium Tetraisopropoxide 0,5 M, Diethylene Glycol, Akuades dan serbuk Titania. Gel Titania digunakan untuk pelapisan kaca dengan cara disemprotkan pada tekanan 30 psi. Hasil pelapisan Titania di atas kaca kuat dengan ketebalan 6,9 nm mempunyai keunggulan kuat, tidak mudah mengelupas serta mempunyai kualitas poli kristal anatase (101),(112) dan (200). Hasil uji komposisi Titanium dan Oksigen sudah stoikiometrik dengan perbandingan atomik Titanium:Oksigen = 35,06%:64,94%. Pola spektrum transmitansi dari lapisan Titania terjadi penurunan tajam transmitansi saat lapisan Titania dikenai spektrum cahaya pada panjang gelombang 362 nm. Hasil serapan optik ini sangat cocok untuk aplikasi foto katalis pada rentang UV sehingga mampu mendegradasi ikatan-ikatan kimia pada suatu medium gas maupun cairan.

KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA RI
DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL
DIREKTORAT PATEN
Jln. H.R. Rasuna Said, Kav. 8-9 Kuningan Jakarta Selatan 12940
Phone/Facs. (6221) 57905611; Website: www.dgip.go.id

INFORMASI BIAYA TAHUNAN

Nomor Paten	: IDP000051205	Tanggal diberi	: 21/05/2018	Jumlah Klaim	2
Nomor Permohonan	: P00201100715	IPAS Filing Date	: 11/11/2011		
		Entitlement Date	: 11/11/2011		

Berdasarkan Undang-undang No. 13 Tahun 2016 tentang Paten, dan Peraturan Pemerintah Nomor 45 tahun 2014 tentang Jenis dan Tarif Atas Jenis Penerimaan negara Bukan Pajak Yang Berlaku Pada Kementerian Hukum dan Hak Asasi Manusia, biaya tahunan yang harus dibayarkan adalah sebagaimana dalam tabel di bawah.

Biaya Tahunan Ke-	Periode Perlindungan	Batas Akhir Pembayaran	Biaya Dasar	Jml Klaim	Biaya Klaim	Total	Terlambat (Bulan)	Total Denda	Jumlah Pembayaran
1	11/11/2011-10/11/2012	20/11/2018	0	2	0	0	0	0	0
2	11/11/2012-10/11/2013	20/11/2018	0	2	0	0	0	0	0
3	11/11/2013-10/11/2014	20/11/2018	0	2	0	0	0	0	0
4	11/11/2014-10/11/2015	20/11/2018	0	2	0	0	0	0	0
5	11/11/2015-10/11/2016	20/11/2018	0	2	0	0	0	0	0
6	11/11/2016-10/11/2017	20/11/2018	1.500.000	2	300.000	1.800.000	0	0	1.800.000
7	11/11/2017-10/11/2018	20/11/2018	2.000.000	2	400.000	2.400.000	0	0	2.400.000
8	11/11/2018-10/11/2019	20/11/2018	2.000.000	2	400.000	2.400.000	0	0	2.400.000
9	11/11/2019-10/11/2020	12/10/2019	2.500.000	2	500.000	3.000.000	0	0	3.000.000
10	11/11/2020-10/11/2021	12/10/2020	3.500.000	2	500.000	4.000.000	0	0	4.000.000
11	11/11/2021-10/11/2022	12/10/2021	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
12	11/11/2022-10/11/2023	12/10/2022	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
13	11/11/2023-10/11/2024	12/10/2023	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
14	11/11/2024-10/11/2025	12/10/2024	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
15	11/11/2025-10/11/2026	12/10/2025	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
16	11/11/2026-10/11/2027	12/10/2026	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
17	11/11/2027-10/11/2028	12/10/2027	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
18	11/11/2028-10/11/2029	12/10/2028	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
19	11/11/2029-10/11/2030	12/10/2029	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000
20	11/11/2030-10/11/2031	12/10/2030	5.000.000	2	500.000	5.500.000	0	0	5.500.000

Biaya yang harus dibayarkan untuk pertama kali hingga tanggal 28/02/2019 (tahun ke-1 s.d 9) adalah sebesar 9.600.000

- Pembayaran biaya tahunan untuk pertama kali wajib dilakukan paling lambat 6 (enam) bulan terhitung sejak tanggal diberi paten
- Pembayaran biaya tahunan untuk pertama kali meliputi biaya tahunan untuk tahun pertama sejak tanggal penerimaan sampai dengan tahun diberi Paten ditambah biaya tahunan satu tahun berikutnya.
- Pembayaran biaya tahunan selanjutnya dilakukan paling lambat 1 (satu) bulan sebelum tanggal yang sama dengan Tanggal Penerimaan pada periode pelindungan tahun berikutnya.
- Penundaan pembayaran biaya tahunan dapat dilakukan dengan mengajukan surat permohonan untuk menggunakan mekanisme masa tenggang, diajukan paling lama 7 hari kerja sebelum tanggal jatuh tempo pembayaran biaya tahunan
- Dalam hal biaya tahunan belum dibayarkan sampai dengan jangka waktu yang ditentukan, Paten dinyatakan dihapus