

Deskripsi

ADSORBEN SELEKTIF LOGAM Pb DARI HIBRIDA AMINO-SILIKA TERCETAK ION DAN METODE PEMBUATANNYA

5 Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan adsorben hibrida amino-silika tercetak ion Pb(II) dari senyawa 3-aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) dengan silika sebagai matriks dan dilanjutkan dengan proses pencetakan ion Pb(II) sebagai target untuk menghasilkan adsorben yang selektif terhadap logam Pb yang akan dipisahkan dari campuran multikomponen. Lebih khusus, material tersebut digunakan sebagai adsorben (penyerap) logam Pb, untuk diaplikasikan pada pemisahan logam Pb dari limbah industri, maupun pemisahan dan prekonsentrasi logam Pb untuk tujuan analisis dalam rangka mereduksi penyebaran logam Pb di lingkungan.

Latar Belakang Invensi

Perkembangan di bidang teknologi dan industri mengakibatkan peningkatan pencemaran logam berat di lingkungan, terutama lingkungan akuatik. Oleh karena itu perlu dilakukan upaya untuk mengatasi masalah pencemaran logam berat tersebut. Upaya yang dapat dilakukan adalah menurunkan tingkat konsentrasi ion logam berat di lingkungan akuatik dengan cara mengolah limbah sumber pencemaran logam berat sebelum dibuang ke lingkungan. Salah satu logam berat yang sering dijumpai dalam limbah industri adalah logam Pb. Pencemaran lingkungan oleh Pb kebanyakan berasal dari aktivitas manusia yang mengekstraksi dan mengeksploitasi logam tersebut. Logam Pb digunakan untuk berbagai keperluan terutama sebagai bahan perpipaan, bahan aditif untuk bensin, baterai, pigmen dan amunisi. Sumber potensial pajanan Pb dapat bervariasi di berbagai lokasi.

Salah metode pengolahan limbah yang sering digunakan untuk pengolahan limbah yang mengandung logam berat adalah dengan metode adsorpsi. Keberhasilan adsorpsi sangat ditentukan oleh sifat adsorben yang digunakan. Pemilihan adsorben akan menentukan parameter selektivitas dan kapasitas adsorpsi terhadap logam berat. Kriteria material adsorben yang baik dan perlu dikembangkan adalah tidak larut dalam air dan pelarut organik, memiliki luas permukaan spesifik yang relatif besar, mempunyai kapasitas dan selektivitas adsorpsi yang tinggi terhadap logam yang akan dipisahkan, dan dapat digunakan dalam ekstraksi berulang.

Beberapa invensi yang berhubungan dengan penyerapan logam berat dalam larutan seperti : Invensi yang berkaitan tentang pembuatan adsorben sebagai penyerap logam berat antara lain: (1) US 20130037488 tentang metode dan komposisi adsorben untuk menyerap logam berat dari air yang terkontaminasi logam berat. Material tersebut berasal dari campuran 3,33% berat tanah liat bentonit dan bubuk batang siwak; (2) US 20140056976 A1 tentang metode pembuatan komposit keramik nanopartikulat dan komposisinya sebagai penyerap logam berat; (3) US 9120082 B2, tentang metode pembuatan dan komposisi adsorben untuk menghilangkan logam berat dari air yang terkontaminasi yang berasal dari dari campuran tanah liat dan termoplastik polimer matriks; (4) Paten US 5667694 tentang sintesis senyawa *organoclay* dari *clay smectite* dan *quaternary ammonium*; (5) paten WO 00/72958 tentang pembuatan adsorben logam berat menggunakan teknik pengikatan silang agen monomer dan partikel *clay*; (6) Paten US 4305857 tentang modifikasi karbon aktif yang bersifat sebagai adsorben selektif terhadap merkuri dalam larutan. Secara khusus, paten yang menggunakan material silika adalah paten US 6858147 B2, yaitu tentang metode untuk menghilangkan logam berat dari larutan dengan

menggunakan silika sebagai adsorben dengan teknik dialisis selektif. Dari beberapa penelusuran paten yang telah diuraikan sebelumnya dapat diketahui bahwa invensi pada paten-paten tersebut masih difokuskan untuk menyerap logam berat tetapi tidak bersifat selektif terhadap salah satu logam yang menjadi target. Padahal, sebagaimana diketahui bahwa tidak semua logam dalam air berbahaya seperti logam golongan alkali dan alkali tanah akan ikut terserap, apabila adsorben tidak bersifat selektif terhadap logam tertentu. Oleh karena itu, pada invensi ini secara khusus adsorben yang dikembangkan adalah adsorben yang bersifat selektif terhadap logam Pb dari hibrida amino-silika dengan cetakan ion Pb. Adsorben ini hanya bersifat selektif terhadap ion Pb(II) dan kurang mengadsorpsi terhadap logam lain.

Pada invensi ini, pembuatan adsorben selektif terhadap logam Pb dilakukan melalui modifikasi permukaan silika gel disertai proses pencetakan ion. Modifikasi silika dilakukan dengan menggunakan gugus-gugus fungsional senyawa organik yang berfungsi sebagai agen pengompleks ion logam untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi sedangkan proses pencetakan ion menggunakan ion logam sebagai templat untuk meningkatkan selektivitas adsorpsi. Teknik pembuatan material tercetak ion merupakan teknik yang potensial untuk membuat material bersifat selektif terhadap ion logam. Pada teknik tersebut selektivitas adsorpsi ion logam dapat tercapai karena pada saat sintesis polimer terdapat adanya ion logam yang berperan sebagai templat dan monomer yang mengandung gugus fungsional. Pelepasan ion logam sebagai templat dari matriks polimer akan menyebabkan terbentuknya rongga cetakan ion dan penataan pada material tercetak ion yang akan mengadsorpsi ion target secara selektif. Selain itu material tercetak ion relatif murah, dan dapat disimpan pada temperatur ruang dalam jangka waktu yang lama. Sehingga material tersebut dapat dipalikasikan sebagai material ekstraksi fasa padat

terutama untuk prekonsentrasi analit yang memiliki konsentrasi rendah dan pemisahan ion logam yang terdapat bersama-sama ion logam lain atau matriks yang kompleks.

Tujuan invensi ini adalah menyediakan adsorben selektif logam Pb dari hibrida amino-silika tercetak ion Pb(II) melalui proses sol-gel dan teknik pencetakan ion sehingga menghasilkan adsorben yang memiliki kapasitas, selektivitas adsorpsi yang besar, stabil secara kimia, dapat digunakan secara berulang dan ramah lingkungan sehingga dapat diaplikasikan dalam pengolahan limbah cair yang mengandung logam berat dari campuran multikomponen.

Ringkasan Invensi

Dalam invensi ini disediakan metode sintesis dan komposisi adsorben dari senyawa aktif 3-aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) melalui proses sol-gel dan teknik pencetakan ion Pb(II). Suatu bahan sebagai adsorben logam Pb sesuai invensi ini dicirikan merupakan hasil reaksi 3-APTMS dengan tetraetilortosilikat (TEOS) sebagai prekursor, etanol, dan air serta ion Pb(II) sebagai cetakan ion. Metode sintesis dilakukan melalui proses sol-gel dan pencetakan ion Pb(II) target dengan tahapan sebagai berikut: tahap pertama yaitu proses hidrolisis TEOS dengan cara mencampurkan masing-masing 5 mL TEOS dan air dimasukkan dalam gelas plastik dan ditambahkan larutan HCl 1 M tetet demi tetes sampai pH 2, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit (Larutan I). Tahap ke dua yaitu mencampurkan sebanyak 4 mL larutan 0,1 M $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam etanol dimasukkan dalam gelas plastik, diaduk dengan pengaduk magnet sambil dipanaskan sampai larut kemudian menambahkan 2 mL senyawa 3-APTMS pengadukan dilanjutkan selama 1 jam (Larutan II). Larutan I dicampur dengan larutan B dengan pengadukan menggunakan pengaduk magnet selama 30

menit. Gel yang terbentuk dibiarkan semalam. Kemudian dibilas dengan campuran air/etanol 60/40 %, dilanjutkan dengan merendam gel selama 24 jam dalam larutan Na_2EDTA 0,1 M dan diaduk selama 30 menit dalam HCl 0,5 M. Selanjutnya material dinetralkan dengan akuades sampai $\text{pH} \approx 7$, kemudian dikeringkan dalam oven selama 6 jam pada temperatur 60°C dan digerus sampai berukuran 200 mesh.

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini berhubungan dengan komposisi dan metode pembuatan adsorben selektif logma Pb dari senyawa aktif 3-APTMS dengan silika sebagai matriks dan dilanjutkan dengan proses pencetakan ion Pb(II) untuk menghasilkan adsorben yang selektif terhadap logam Pb yang akan dipisahkan dari campuran pasangan ionnya.

Pembuatan material adsorben hibrida amino-silika tercetak ion pada invensi ini secara khusus dilakukan melalui proses sol-gel menggunakan TEOS sebagai prekursor dan bahan aktif dari gugus organik yang berasal dari 3-APTMS serta dilanjutkan dengan proses pencetak ion target Pb(II) ($\text{Pb(II)}-\text{IIP}$).

Adsorben disintesis melalui 2 tahapan. Tahap pertama yaitu proses hidrolisis TEOS dengan cara mencampurkan 5 mL TEOS dan air dimasukkan dalam gelas plastik dan ditambahkan larutan HCl 1 M tetes demi tetes sampai pH 2, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit (Larutan I). Tahap ke dua yaitu mencampurkan sebanyak 4 mL larutan $\text{Pb(NO}_3)_2$ dalam etanol dimasukkan dalam gelas plastik, diaduk dengan pengaduk magnet sambil dipanaskan sampai larut kemudian menambahkan 2 mL senyawa 3-APTMS pengadukan dilanjutkan selama 30 menit (Larutan II). Larutan I dicampur dengan larutan II, pengadukan dilanjutkan sampai terbentuk gel. Gel yang terbentuk dibiarkan semalam, kemudian dibilas dengan campuran air/etanol 60/40 %, dilanjutkan dengan

merendam gel selama 24 jam dalam larutan Na_2EDTA 0,1 M dan diaduk selama 30 menit dalam HCl 0,5 M. Selanjutnya material dinetralkan dengan akuades sampai $\text{pH} \approx 7$, kemudian dikeringkan dalam oven selama 6 jam pada temperatur 60°C dan digerus sampai berukuran 200 mesh.

Adsorben tersebut dikarakterisasi dengan spektrofotometer inframerah (IR) menunjukkan bahwa pada material tersebut telah terdapat gugus organik dari senyawa 3-APTMS dan gugus-gugus silanol dan siloksan dari matriks silika. Proses pencetakan ion diidentifikasi dengan analisis morfologi permukaan yang sangat kontras dari analisis dengan *scanning electron microscopy* (SEM) dan komposisi unsur dengan (*X-ray energy dispersion spectroscopy* EDX. Hasil karakterisasi tersebut menunjukkan bahwa pada adsorben terdapat situs aktif dari rongga tercetak ion dan gugus aktif dari senyawa 3-APTMS dan matriks silika.

Kemampuan material hibrida amino-silika tercetak ion Pb(II) (Pb(II)-IIP) sebagai adsorben pada invensi ini telah diuji selektivitas adsorpsinya dengan serangkaian eksperimen menggunakan metoda batch. Pada penggunaan adsorben sebanyak 50 mg terhadap 20 mL larutan yang mengandung pasangan ion: Pb(II)/Zn(II) ; Pb(II)/Ni(II) ; Pb(II)/Cd(II) dengan perbandingan konsentrasi masing-masing ion logam sebesar 0,5 mmol/L, waktu interaksi selama 60 menit, pH interaksi 5, dan temperatur 27°C . Hasil koefisien selektivitas adsorpsi (α) masing-masing pasangan ion Pb(II)/Zn(II) ; Pb(II)/Ni(II) ; Pb(II)/Cd(II) adalah: 1,23; 3,00; 2,75 dan persentase ion Pb(II) teradsorpsi masing-masing sebesar: 80,0 ; 92,04; 89,14 % yang menunjukkan bahwa adsorben Pb(II)-IIP sangat selektif terhadap ion Pb(II) jika dikompetisikan dengan ion Zn(II) , Ni(II) , dan Cd(II) dalam larutan.

Klaim

1. Suatu bahan adsorben selektif untuk pemisahan logam Pb dari limbah cair yang mengandung Pb, maupun pemisahan dan prekonsentrasi logam Pb untuk tujuan analisis, dimana menggunakan senyawa 3-APTMS yang berfungsi sebagai gugus aktif (gugus organik) yang dilapisi dengan silika yang berfungsi sebagai matriks serta cetakan ion logam Pb sebagai situs aktif adsorben yang selektif terhadap Pb.
2. Suatu adsorben selektif Pb seperti pada klaim 1 dimana adsorben tersebut mengandung gugus-gugus fungsi organik, silanol, dan siloksan serta memiliki cetakan ion Pb(II).
3. Suatu adsorben logam Pb seperti klaim 1 dan 2, dimana memiliki karakteristik sebagai berikut:
 - berbentuk padatan amorph;
 - mampu menyerap logam Pb secara selektif dalam campuran pasangan ion:
 - Pb(II)/Zn(II); Pb(II)/Ni(II); Pb(II)/Cd(II) dengan masing-masing koefisien selektivitas adsorpsi (α) sebesar 1,23; 3,00; 2,75 dan persentase ion Pb(II) teradsorpsi masing-masing sebesar: 80,0 ; 92,04; 89,14 %.
4. Suatu metode pembuatan adsorben selektif logam Pb, memiliki tahapan sebagai berikut:
 - a. Mencampurkan 5 mL TEOS dan 5 mL aquades ke dalam wadah plastik (larutan I);
 - b. Melakukan pengadukan larutan I selama 30 menit, saat pengadukan, ditambahkan HCl tetes demi tetes hingga pH larutan mencapai pH 2;
 - c. Membuat larutan Pb(NO₃)₂ 0,1 M dalam etanol dalam wadah plastik; kemudian diaduk dengan pengaduk magnet sambil dipanaskan sampai larut kemudian menambahkan 2 mL senyawa 3-APTMS (Larutan II);

- d. Melakukan pengadukan larutan II selama 30 menit sampai homogen;
- e. Mencampurkan larutan I dan II hingga homogen dan terjadi proses kondensasi sampai terbentuk gel;
- 5 f. Mendiamkan gel yang terbentuk selama 24 jam;
- g. Mencuci gel menggunakan aquades dan etanol (60/40%) hingga pH filtrat mendekati pH 7;
- h. Merendam gel dalam Na_2EDTA 0,1 M selama 24 jam;
- i. Memisahkan gel dari larutan EDTA dengan menyaring gel tersebut;
- 10 j. Mengaduk gel dalam larutan HCl 0, 1 M selama 30 menit;
- k. Memisahkan gel dari larutan HCl;
- l. Menetralkan gel dengan aquades sampai pH ≈ 7 ;
- 15 m. Mengeringkan gel di dalam oven pada suhu 60°C sampai berat konstan;
- n. Menggerus material kering dengan ukuran 200 mesh;

20

25

30

Abstrak**ADSORBEN SELEKTIF LOGAM Pb DARI HIBRIDA AMINO-SILIKA
TERCETAK ION DAN METODE PEMBUATANNYA**

5

Invensi ini berhubungan dengan komposisi dan metode pembuatan adsorben selektif logam Pb dari senyawa aktif 3-APTMS dengan silika sebagai matriks dan dilanjutkan dengan proses pencetakan ion Pb(II) untuk menghasilkan adsorben yang selektif terhadap Pb. Kemampuan material hibrida amino-silika tercetak ion Pb(II) (Pb(II)-IIP) sebagai adsorben pada invensi ini telah diuji selektivitas adsorpsinya dengan serangkaian eksperimen menggunakan metoda bacth. Pada penggunaan adsorben sebanyak 50 mg terhadap 20 mL larutan yang mengandung pasangan ion: Pb(II)/Zn(II); Pb(II)/Ni(II); Pb(II)/Cd(II) dengan perbandingan konsentrasi masing-masing ion logam sebesar 0,5 mmol/L, waktu interaksi selama 60 menit, pH interaksi 5, dan temperatur 27°C. Hasil koefisien selektivitas adsorpsi (α) masing-masing pasangan ion Pb(II)/Zn(II); Pb(II)/Ni(II); Pb(II)/Cd(II) adalah: 1,23; 3,00; 2,75 yang menunjukkan bahwa adsorben Pb(II)-IIP sangat selektif terhadap ion Pb(II) jika dikompetisikan dengan ion Zn(II), Ni(II), dan Cd(II) dalam larutan.

25

30

35



KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
REPUBLIC INDONESIA
DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL
Jl. H.R. Rasuna Said Kav 8-9, Kuningan, Jakarta Selatan, 12940
Telepon: (021) 57905611 Faksimili: (021) 57905611
Laman: <http://www.dgip.go.id> Surel: dopatent@dgip.go.id

Nomor : HKI.3-HI.05.01.02.P00201709590
Lampiran : 1 (satu) berkas
Hal : Pemberitahuan Persyaratan Formalitas Telah Dipenuhi

Jakarta, 08 Januari 2018

Yth. LPPM Universitas Lampung
Jl. Soemantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung

Dengan ini diberitahukan bahwa Permohonan Paten:

Tanggal Pengajuan : 22 Desember 2017
(21) Nomor Permohonan : P00201709590
(71) Pemohon : LPPM Universitas Lampung
(54) Judul Inovasi : ADSORBEN SELEKTIF LOGAM Pb DARI HIBRIDA AMINO-SILIKA TERCETAK
ION DAN METODE PEMBUATANNYA
(30) Data Prioritas :
(74) Konsultan HKI :
(22) Tanggal Penerimaan : 22 Desember 2017

telah melewati tahap pemeriksaan formalitas dan semua persyaratan formalitas telah dipenuhi. Untuk itu akan dilakukan:

1. Pengumuman, segera 7 (tujuh) hari setelah 18 (delapan belas) bulan sejak tanggal penerimaan atau tanggal prioritas dalam hal Paten Biasa (Pasal 46 UU No 13 Tahun 2016); atau segera 7 (tujuh) hari setelah 3 (tiga) bulan sejak tanggal penerimaan atau tanggal prioritas, dalam hal Paten Sederhana (Pasal 123 UU No 13 Tahun 2016).
2. Pemeriksaan Substantif segera setelah masa publikasi selesai dan pemohon telah mengajukan permohonan pemeriksaan substantif (Pasal 51 UU No 13 Tahun 2016).

Selain itu hal-hal yang perlu diperhatikan adalah sebagai berikut:

1. Permohonan pemeriksaan substantif diajukan selambat-lambatnya 36 (tiga puluh enam) bulan sejak tanggal penerimaan untuk permohonan paten biasa dan selambat-lambatnya 6 (enam) bulan sejak tanggal penerimaan untuk permohonan paten sederhana, dengan disertai biaya sesuai yang tercantum pada PP No. 45 Tahun 2016.
2. Tidak diajukan permohonan pemeriksaan substantif dalam jangka waktu yang ditentukan tersebut akan mengakibatkan permohonan paten ini dianggap ditarik kembali.
3. Harap melakukan pembayaran kelebihan 0 buah klaim (@50.000) sebesar Rp. 0.
4. Pembayaran tambahan biaya akibat kelebihan jumlah klaim, dilakukan selambat-lambatnya pada saat pengajuan pemeriksaan substantif. Apabila tambahan biaya tidak dibayarkan dalam jangka waktu sebagaimana dimaksud maka kelebihan jumlah klaim dianggap ditarik kembali (Pasal 28 ayat 2 dan 3 PP 34 Tahun 1991).
5. Jumlah halaman deskripsi yang terbayar halaman (Bila halaman deskripsi lebih dari 30).



00-2018-3120

Tembusan:
Direktur Jenderal Kekayaan Intelektual.

a.n. Direktur Paten, Desain Tata Letak
Sirkuit Terpadu dan Rahasia Dagang
Kasubdit Permohonan dan Publikasi,

Ir. Arif Syamsudin, S.H., M.Si.
NIP. 196303021987111001

SURAT PERNYATAAN PENGALIHAN HAK ATAS INVENSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

1. Nama : Prof. Dr. Buhani, M.Si.
Pekerjaan : Dosen Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung
Alamat : Jl. A. Muis H-7 Purimutiara Kedaton, Bandar Lampung.
2. Nama : Prof. Suharso, Ph.D.
Pekerjaan : Dosen Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung
Alamat : Jl. Sukma No 5 Kel. Palapa Bandar Lampung.

dalam hal ini bertindak untuk dan atas nama para inventor dari invensi berjudul:

**ADSORBEN SELEKTIF LOGAM Pb DARI HIBRIDA AMINO-SILIKA
TERCETAK ION DAN METODE PEMBUATANNYA**

dan untuk selanjutnya disebut sebagai **PARA INVENTOR**,

bersama ini menyatakan mengalihkan hak atas invensi tersebut di atas kepada :

Nama : **LPPM Universitas Lampung**
Alamat : Gedung Rektorat Lt. 5 Jl. Sumantri Brojonegoro No. 1
Bandar Lampung, 35145.
Telp./Fax : (0721)705173 / Fax. (0721)773798
Email : lppm@kpa.unila.ac.id

dalam hal ini, sesuai dengan kewenangan diwakili oleh **Ir. Warsono, Ph.D.** selaku **Ketua LPPM Universitas Lampung**.

Demikian Surat Pernyataan ini kami buat secara sadar dan tanpa paksaan dari pihak manapun untuk dimanfaatkan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 26 Oktober 2017



UNTUK DAN ATAS NAMA

Ketua LPPM Universitas Lampung,

Ir. Warsono, Ph.D.



PARA INVENTOR,

1. Prof. Dr. Buhani, M.Si.

2. Prof. Suharso, Ph.D.