

**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 : SENTRA KI UNNES  
Gedung Prof. Retno Sriningsih Satmoko Lantai 2,  
Kampus UNNES Sekaran, Gunungpati  
Semarang

Untuk Invensi dengan Judul : METODE PEMBUATAN SERBUK NANOKRISTAL  
FORSTERIT

Inventor : Dr. Upik Nurbaiti, M.Si.  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Tanggal Penerimaan : 09 Oktober 2019

Nomor Paten : IDP000080379

Tanggal Pemberian : 20 Desember 2021

Pelindungan 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  
u.b.  
Direktur Paten, Desain Tata Letak Sirkuit Terpadu dan  
Rahasia Dagang



Drs. YASMON, M.L.S.  
NIP. 196805201994031002



(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000080379 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL  
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 20 Desember 2021

(51) Klasifikasi IPC<sup>8</sup> : C 01B 33/20, C 04B 35/20

(21) No. Permohonan Paten : P00201908947

(22) Tanggal Penerimaan: 09 Oktober 2019

(30) Data Prioritas :

(43) Tanggal Pengumuman: 17 Mei 2021

(56) Dokumen Perbandingan:  
US20110008234A1  
Aktivasi Mekanik pada Sintesis Serbuk Forsterit (MgSiO<sub>4</sub>) Dengan  
Bahan Dasar Serbuk Periklas (MgO) dan Serbuk Silika Amorf (SiO<sub>2</sub>),  
Afida Kholifatunnisa, Skripsi MIPA, ITS, 2015.

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :  
SENTRA KI UNNES  
Gedung Prof. Retno Sriningsih Satmoko Lantai 2,  
Kampus UNNES Sekaran, Gunungpati  
Semarang

(72) Nama Inventor :  
Dr. Upik Nurbaiti, M.Si., ID  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D., ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :  
  
Pemeriksa Paten : Yuristiana Yudianti, S.T.  
  
Jumlah Klaim : 3

(54) Judul Invensi : METODE PEMBUATAN SERBUK NANOKRISTAL FORSTERIT

(57) Abstrak :

Suatu metode untuk menghasilkan serbuk nanokristal forsterit dengan bahan dasar silika amorf dan magnesita. Serbuk silika amorf murni dihasilkan dengan prosedur yang meliputi penggilingan, pencucian, ekstraksi magnet dan perendaman asam klorida yang diaplikasikan pada pasir silika alam. Serbuk nanokristal forsterit dibuat dengan prosedur yang meliputi pencampuran bahan-bahan dasar, penggilingan untuk aktivasi mekanik serbuk campuran, dan kalsinasi. Kriteria utama nanomaterial telah dipenuhi dengan diperolehnya serbuk forsterit dengan ukuran 81 nm.

Deskripsi**METODE PEMBUATAN SERBUK NANOKRISTAL FORSTERIT****5 Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan serbuk forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) dengan bahan dasar pasir silika yang diproses menjadi serbuk silika amorf dan serbuk periklas  
10 ( $MgO$ ) membentuk serbuk nanokristal forsterit.

**Latar Belakang Invensi**

15 Dale F. DeSanto dalam US Patent US20110008234A1 mengklaim suatu produksi forsterite dengan *high temperature fusion* untuk mereduksi keberadaan karbon. Klaim berikutnya adalah ukuran partikel rerata yang didapatkan disebutkan lebih dari 200 mikron. Selain itu, produk paten ini juga  
20 hanya menyebutkan secara kualitatif nilai kemurnian forsterite yang dicapai. Pada invensi ini, menghasilkan forsterit berukuran nanometrik dengan perlakuan temperatur yang relatif rendah ( $950^\circ C$ ). Forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) yang dimaksud adalah kristal magnesium silikat dengan struktur  
25 kristal orthorombik. Forsterit memiliki beberapa karakteristik fisika yang menarik, di antaranya yaitu memiliki konduktivitas listrik yang rendah, konstanta dielektrik yang kecil ( $\epsilon_r = 6.8$ ), bersifat stabil secara kimia, resistivitas listrik tinggi ( $\sim 10^{13}-10^{15} \Omega cm$ ),  
30 koefisien ekspansi termal yang rendah dan titik lebur  $1890^\circ C$ .

Beberapa aplikasi forsterit di bidang teknologi adalah sebagai bahan dielektrik untuk gelombang millimeter dan digunakan dalam aplikasi SOFC (Solid Oxide Fuel Cell)  
35 karena memiliki koefisien ekspansi termal yang baik dan



stabilitas yang tinggi yang memenuhi syarat sebagai fuel cell. Dalam bidang medis forsterit digunakan untuk aplikasi rekayasa jaringan, radio terapi, dan sebagai implan tulang. Oleh karena itu berbagai upaya dilakukan untuk memproduksi  
5 forsterit dengan kemurnian yang tinggi, baik dari sisi material dasar maupun metode pembuatan.

Beberapa metode telah dilakukan pada sintesis forsterit di antaranya yaitu sol gel, kopresipitasi, reaksi padat, polimer prekursor, dan aktivasi mekanik. Teknik  
10 aktivasi mekanik telah digunakan dalam sintesis beberapa material. Fajarin et al (2015), doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1123.109, misalnya, telah melakukan sintesis  $PbTiO_3$  dengan bahan dasar serbuk oksida timbal  $PbO$  dan oksida titanium  $TiO_2$  dengan penambahan PCA etanol dan  
15 pada atmosfer udara. Variabel penelitian adalah *milling time* 10, 20 dan 30 jam yang relatif cukup lama. Selain itu dilakukan pula sintering dengan variasi temperatur 850, 900 dan  $1000^\circ C$  pada masing-masing variasi sampel yang telah diaktivasi mekanik. Pengaruh aktivasi mekanik menyebabkan  
20 senyawa dari  $PbO$  dan  $TiO_2$  menjadi berkurang intensitasnya sehingga menginisiasi pembentukan fasa baru  $PbTiO_2$ . Sedangkan hasil dari aktivasi mekanik yang kemudian dilakukan sintering dapat membentuk fasa  $PbTiO_3$  murni. Selain itu aktivasi mekanik juga berpengaruh terhadap  
25 ukuran partikel.

Aktivasi mekanik juga telah dilakukan oleh Astutik et al (2011), ISSN 2088-4176 Pusat Penelitian Fisika-LIPI Serpong, untuk sintesis  $MgTiO_3$  dan  $MgTi_2O_5$  dengan bahan dasar  $MgO$  dan  $TiO_2$  menggunakan metode reaksi padat. Aktivasi  
30 mekanik dilakukan dengan variasi waktu penggilingan 10, 14, dan 18 jam serta variasi kecepatan penggilingan, yaitu 100 dan 150 rpm. Hasil dari sintesis tersebut yaitu fasa  $MgTiO_3$  yang mengalami peningkatan presentase berat dengan meningkatnya waktu penggilingan dan fasa  $Mg_2TiO_5$  yang



meningkat dengan bertambahnya kecepatan penggilingan. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa variasi aktivasi mekanik berpengaruh terhadap pembentukan suatu material.

5 Fathi dan Kharaziha (2008), doi:10.1016/j.matlet.2008.07.015, telah melakukan sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar magnesium karbonat ( $MgCO_3$ ) dan  $SiO_2$  amorf. Tavangarian dan Emadi (2009) telah melakukan sintesis forsterit dengan aktivasi  
10 mekanik menggunakan bahan dasar talc ( $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ ) dan magnesium karbonat ( $MgCO_3$ ). Hasil penelitian yang telah dilakukan tersebut dapat menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi. Invensi ini menggunakan metode reaksi padat untuk sintesis forsterit dengan variasi  
15 aktivasi mekanik dengan bahan dasar  $SiO_2$  amorf hasil pemurnian dari pasir silika Tanah Laut, Kalimantan Selatan dan serbuk MgO (periklas) komersial.

### Ringkasan Invensi

20 **Invensi** yang diusulkan adalah menghasilkan nanomaterial forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ). Konsep **invensi nanomaterial forsterit** ini adalah membuat serbuk nanomaterial fungsional forsterit  $Mg_2SiO_4$  memanfaatkan bahan  
25 baku lokal dengan konten dominan. Material serbuk nanokristal tersebut dibuat dengan bahan baku utama silika yang diekstrak dari pasir alam serta bahan sekunder magnesia yang tersedia secara komersial. Pembuatan serbuk nanomaterial tersebut didasarkan pada rancangan yang  
30 mempertimbangkan ukuran kristalnya yang dapat diaplikasikan dengan luas permukaannya yang besar. Untuk dapat mencapai kriteria yang disyaratkan maka komposit yang dibuat diuji sifat-sifat struktur, komposisi dan ukuran kristalnya.



Suatu metode pembuatan serbuk dari pasir silika sesuai invensi ini telah diterapkan sehingga dihasilkan serbuk silika amorf.

5 Suatu metode pembuatan nanokristal forsterit dari serbuk silika amorf dan serbuk magnesia pada invensi ini telah diterapkan sehingga dihasilkan serbuk yang teridentifikasi sebagai  $Mg_2SiO_4$  dengan ukuran kristal kurang dari 100 nm.

## 10 Uraian Singkat Gambar

Untuk memudahkan pemahaman mengenai inti invensi ini, selanjutnya akan diuraikan perwujudan invensi melalui gambar-gambar terlampir.

15 Gambar 1 adalah pola difraksi sinar-x serbuk silika amorf.

Gambar 2 adalah pola difraksi sinar-x serbuk nanokristal forsterit.

## 20 Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini berawal dari persoalan eksplorasi pembuatan nanomaterial yang berkembang dalam beberapa tahun terakhir, salah satunya adalah material forsterit yang memiliki cakupan aplikasi luas, termasuk dalam bidang energi, industri keramik dan isolator serta kedokteran. Material yang dihasilkan harus memiliki kemurnian yang tinggi dan memenuhi kriteria sebagai nanomaterial, yaitu ukuran kristalnya kurang dari 100 nm.

30 Material forsterit biasa dibuat menggunakan serbuk-serbuk silika dan magnesia yang mahal. Dengan serbuk-serbuk itu pun yang diperoleh adalah mikrokristal forsterit. Oleh karenanya, perlu dicarikan jalan keluar alternatif agar biaya pembuatan material tersebut dapat dibuat lebih



ekonomis. Untuk itulah material dasar berupa pasir silika (bahan alam) dipilih dalam pembuatan ini.

Proses pembuatan terdiri atas dua tahap, yaitu (1) pemurnian pasir silika dilanjutkan dengan pemrosesan  
5 mendapatkan silika amorf dan (2) pembuatan nanokristal forsterit. Uji karakteristik material tersebut juga dilakukan untuk menunjukkan keberhasilan pembuatannya.

Pada tahap pertama, pasir diambil dari daerah penambangan. Selanjutnya pasir dibersihkan dengan cara  
10 manual dan dicuci serta diayak dengan ukuran 200 mesh. Pasir lolos dipisahkan dari pengotor magnetik (sebagian besar adalah mineral magnetit  $Fe_3O_4$ ) dengan magnet permanen. Setelah itu, pasir lolos digiling dengan komposisi massa pasir:bola giling zirkonia adalah 1:20 menggunakan media  
15 akuades selama 1 jam. Kemudian, langkah pencucian dan pemisahan magnetik diulangi lagi. Pasir lolos dari tahap ini lalu direndam di dalam HCl 2M selama 24 jam. Serbuk yang mengendap selama perendaman merupakan material dasar berupa silika kuarsa dengan kemurnian sangat tinggi. Serbuk  
20 silika kuarsa ini kemudian dilarutkan dalam NaOH 2M selama 24 jam kemudian dikeringkan. Pada setiap langkah pemurnian ini dilakukan pengujian tingkat kemurnian menggunakan instrumen XRF dan XRD. Hasil uji XRF pada material serbuk silika setelah perendaman menunjukkan bahwa unsur yang ada  
25 di dalamnya adalah Si dan O saja, serta uji XRD (Gambar 1) menunjukkan bahwa fasa (senyawa) yang diperoleh adalah  $SiO_2$  kuarsa murni dan silika amorf.

Pada tahap pembuatan serbuk nanokristal forsterit, yang dilakukan pertama kali adalah menyiapkan campuran yang  
30 terdiri atas serbuk silika ( $SiO_2$ , hasil pemrosesan tahap pertama) dan serbuk magnesium oksida ( $MgO$ , komersial)-keduanya sebagai material dasar - dan polivinil alkohol sebagai pengikat serbuk. Kedua material dasar dicampur dengan komposisi berat silika:magnesia=1:2 bersama dengan



polivinil alkohol sebanyak 3% berat total campuran dalam keadaan kering menggunakan mortar. Campuran ini kemudian digiling menggunakan wadah dan bola zirkonia dengan lajut 150 rpm selama 3 jam. Serbuk hasil penggilingan ini  
5 kemudian dipanaskan (kalsinasi) pada temperatur 950°C selama 4 jam. Hasil dari proses pemanasan ini berupa serbuk berwarna putih.

Pada serbuk tersebut dilakukan pengujian fasa (senyawa) menggunakan instrumen difraktometer sinar-x  
10 (Gambar 2) dan ukuran kristal menggunakan instrumen mikroskop elektron transmisi.



**Klaim**

1. Suatu metode pepreparasi serbuk silika amorf dari bahan baku pasir silika yang terdiri dari:
  - 5 a. mengayak pasir silika menggunakan ayakan 200 mesh selama 30 menit dengan mengekstraksi bahan pengotor magnetik menggunakan magnet permanen;
  - b. menggiling pasir silika (a) dengan bola zirconia radius 10 mm dengan komposisi berat pasir terhadap 10 bola 1:20 di dalam media akuades;
  - c. mengekstraksi lagi bahan pengotor magnetik tahap b) menggunakan magnet permanen;
  - d. merendam pasir silika dari tahap c) dengan HCl 2M dengan perbandingan berat pasir terhadap asam klorida 15 1:30 selama 24 jam untuk melarutkan senyawa-senyawa pengotor;
  - e. menjadikan pasir silika (d) lebih murni dengan proses hydrothermal untuk menghasilkan serbuk silika amorf.
  
- 20 2. Suatu metode pembuatan serbuk nanokristal forsterit yang terdiri dari :
  - a. mencampur serbuk-serbuk silika amorf dan magnesia dengan komposisi molar 1:2;
  - b. menambahkan 3% berat polivinil alkohol sebagai *additif* 25 pada campuran (a);
  - c. menggiling serbuk campuran (b) menggunakan bola zirkonia pada kecepatan 150 rpm selama 3 jam dan pada rasio berat serbuk:bola sebesar 1:20;
  - d. mengkalsinasi serbuk yang sudah digiling(c) dengan 30 temperatur 950°C selama 4 jam menggunakan laju pemanasan 10°C/menit.



3. Sesuatu metode pembuatan serbuk nanokristal forsterit sesuai dengan klaim 1 dan 2, dimana diperoleh serbuk forsterit dengan ukuran 81 nm.

Abstrak**METODE PEMBUATAN SERBUK NANOKRISTAL FORSTERIT**

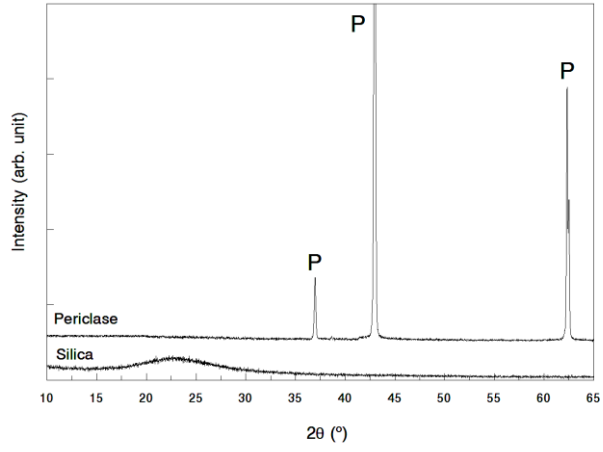
Suatu metode untuk menghasilkan serbuk nanokristal  
5 forsterit dengan bahan dasar silika amorf dan magnesia.  
Serbuk silika amorf murni dihasilkan dengan prosedur yang  
meliputi penggilingan, pencucian, ekstraksi magnet dan  
perendaman asam klorida yang diaplikasikan pada pasir  
silika alam. Serbuk nanokristal forsterit dibuat dengan  
10 prosedur yang meliputi pencampuran bahan-bahan dasar,  
penggilingan untuk aktivasi mekanik serbuk campuran, dan  
kalsinasi. Kriteria utama nanomaterial telah dipenuhi  
dengan diperolehnya serbuk forsterit dengan ukuran 81 nm.

15

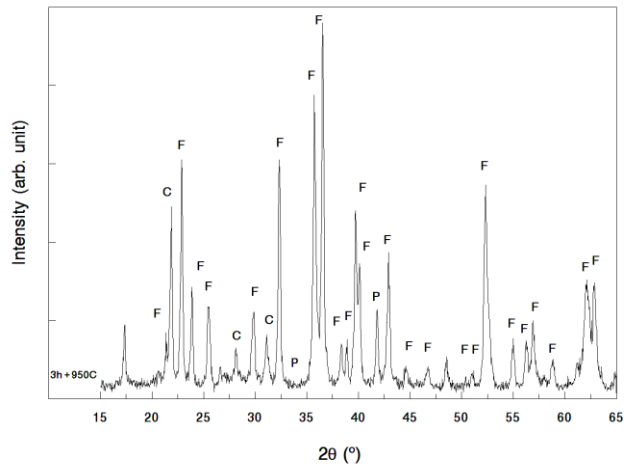
20

25

30



Gambar 1.



Gambar 2