

33

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 14 Tahun 2001 tentang Paten, memberikan Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Kampus ITS Sukolilo Surabaya
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO SILIKA
DAN PROSES PEMBUATANNYA

Inventor : Munasir, S.Si., M.Si
Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Dr. rer. net. Triwikantoro, M.Si
Dr. Moch. Zainuri, M.Si

Tanggal Penerimaan : 23 Oktober 2014

Nomor Paten : IDP000043290

Tanggal Pemberian : 07 November 2016

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 8).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



00-2016-239290

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



KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
REPUBLIK 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.05.02.04.P00201406440-DP
Lampiran : 1 (satu halaman)
Hal : Pemberitahuan dapat diberi Paten

7-11-2016

Yth. Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Kampus ITS Sukolilo Surabaya
(u.p. Prof. Dr. Darminto, MSc.)

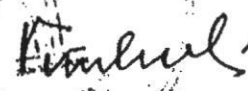
Dengan ini diberitahukan, bahwa sesuai dengan hasil pemeriksaan substantif terlampir, permohonan paten berikut ini dinyatakan dapat diberi Paten:

Nomor Permohonan : P00201406440
Tanggal Penerimaan : 23 Oktober 2014
Pemohon : Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Judul invensi : KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO SILIKA DAN PROSES PEMBUATANNYA



00-2016-223282

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


Ymbul Sinaga, M.Hum.
NIP. 196202021991031001

Tembusan:

1. Yth. Direktur Jenderal Kekayaan Intelektual (sebagai Laporan)
2. Ir. Syafrimai
NIP. 196005041992031002



KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
REPUBLIK 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.05.02.04.P00201406440-DP
Lampiran : 1 (satu halaman)
Hal : Pemberitahuan dapat diberi Paten

Yth. Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Kampus ITS Sukolilo Surabaya
(u.p. Prof. Dr. Darminto, MSc.)

Dengan ini diberitahukan, bahwa sesuai dengan hasil pemeriksaan substantif terlampir, permohonan paten berikut ini dinyatakan dapat diberi Paten:

Nomor Permohonan : P00201406440
Tanggal Penerimaan : 23 Oktober 2014
Pemohon : Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Judul invensi : KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO SILIKA DAN PROSES PEMBUATANNYA

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

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

NAMA JABATAN	PARAF	TANGGAL
Pemeriksa		01-11-2016
Ketua Kelompok		
Kasubdit. Pemeriksaan		3-11-2016

Tembusan:

1. Yth. Direktur Jenderal Kekayaan Intelektual (sebagai Laporan)
2. Ir. Syafrimai
NIP. 196005041992031002

HASIL PEMERIKSAAN SUBSTANTIF TAHAP AKHIR (diberi Paten)
 Nomor Permohonan. P00201406440

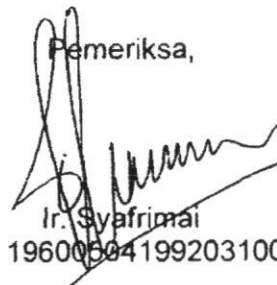
1. Dengan ini diberitahukan bahwa:
 - a. deskripsi yang diterima adalah deskripsi:

☐	halaman		asli seperti saat diajukan
☒	halaman	1 - 8	sesuai surat Saudara tanggal: 03-10-2016
 - b. klaim yang diterima adalah klaim:

☐	nomor		asli seperti saat diajukan
☒	nomor	1 - 2	sesuai surat Saudara tanggal: 03-10-2016
 - c. gambar yang diterima adalah gambar

☐	nomor		asli seperti saat diajukan
☒	nomor	1 - 3	sesuai surat Saudara tanggal: 03-10-2016
 - d. gambar untuk publikasi B adalah: Gambar 1
2. Deskripsi dan klaim-klaim serta gambar-gambar tersebut di atas dengan ini dinyatakan telah memenuhi ketentuan Pasal 2, Pasal 3, Pasal 5, dan ketentuan lain dalam Undang-undang Republik Indonesia Nomor 14 Tahun 2001 tentang Paten, sehingga permohonan paten ini dapat dipertimbangkan untuk diberi Paten.

Pemeriksa,



Ir. Syafrizal

NIP. 196005041992031002

HASIL PEMERIKSAAN SUBSTANTIF TAHAP AKHIR (diberi Paten)
Nomor Permohonan. P00201406440

1. Inti Invensi

1. Invensi ini berhubungan dengan komposit aluminium berpenguat nano silika dan proses pembuatannya, dengan langkah-langkah sebagai berikut:
 - a. mencuci pasir silika dengan aquades untuk membuang pengotor organik;
 - b. mengeringkan pasir silika hasil proses [a] pada temperatur 80-100°C selama 1-2 jam;
 - c. menghaluskan pasir silika hasil proses [b] sehingga berukuran 200-250 mesh;
 - d. melakukan perendaman pasir silika hasil proses [c] dalam larutan HCl 2M selama 12-24 jam;
 - e. mencuci pasir silika hasil proses [d] dengan aquades berulang-ulang hingga bersih dari HCl (pH = 7);
 - f. mengeringkan pasir silika hasil proses [e] pada temperatur 100°C selama 1-2 jam;
 - g. mengekstraksi pasir silika hasil proses [f] menggunakan senyawa alkali (NaOH) dengan molaritas 4-7M;
 - h. sehingga diperoleh senyawa sodium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) fase padat (berwarna putih bersih);
 - i. mengencerkan senyawa $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$ hasil proses [h] dengan aquades 100-200 ml dan di diamkan selama 4-24 jam;
 - j. melakukan penambahan larutan asam kuat HCl 2-4 molar pada hasil proses [i] secara bertahap (proses titrasi) sambil dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer secara kontinu dengan kecepatan 200-250 rpm sehingga pada pH 8 sampai pH 7 terbentuk bubuk silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ berwarna putih;
 - k. memisahkan produk hasil proses [j] bubuk silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ dari NaCl dengan menyaring dan mencucinya dengan aquades;
 - l. mengeringkan bubuk silisit hasil proses [k] pada temperatur 100-150°C sehingga diperoleh serbuk nano silika;
 - m. menyiapkan komposisi serbuk aluminium (Al) dan serbuk nano silika (SiO_2) dengan menggunakan perbandingan persen berat, $(1-x)\text{Al} : x\text{SiO}_2$ untuk $x = 2,5-30 \text{ Wt}\%$;
 - n. mendispersikan serbuk nano silika dalam larutan N-Butanol hingga betul-betul merata, selama 1-2 jam;
 - o. mencampurkan serbuk Al pada hasil proses [n] dan dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200-250 rpm selama 2-3 jam hingga diperoleh campuran Al dan SiO_2 yang homogen;
 - p. mengeringkan hasil proses [o] pada temperatur 150-200°C selama 2-3 jam;
 - q. mencetak hasil pada proses [p] dengan kompaksi dingin, dengan tekanan sekitar 185-200 MPa;
 - r. melakukan sintering dari hasil proses [q] dalam tungku vakum udara dengan temperatur pre-sintering 200°C selama 30 menit dan temperatur sintering 500-550°C selama 2-2,5 jam.

2. IPC edisi 8: B 32B 15/00, 15/04, C 04B 35/00

3. Dokumen-dokumen pembanding (D) adalah:

EP.2,325,153A1
CN.101973144A
CN.104709913A

4. Alasan keputusan pemberian paten

A. Analisa

EP.2,325,153A1 mengungkapkan tentang proses memproduksi komposit intan aluminium yang terdiri dari langkah-langkah: mempersiapkan serbuk intan yang mempunyai diameter khusus; menambahkan silika koloidal ke serbuk intan tersebut untuk membentuk slurri,

mengarahkan slurri ke pres pembentuk atau pencetak luncur untuk meprosentase volume kandungan silikon karbida dalam paduan produksi partikel partikel kompak, tahap pengapian partikel kompak tersebut di udara atau atmosfer nitrogen untuk membentuk pembentukan awal intan yang berpori, tahap memanaskan intan berpori tersebut, tahap memanaskan paduan aluminium pada suhu yang sama dengan atau di atas titik lebur dari paduan dan meng-impregnasi paduan lebur tersebut kedalam intan berpori untuk membuat komposit intan-aluminium seperti-pelat yang rata dimana kedua permukaan diselubungi dengan lembaran permukaan yang mengandung logam dasar-aluminium, dan tahap mengerjakan komposit intan-aluminium kedalam komposit intan-aluminium.

CN.101973144A mengungkapkan tentang bahan komposit karbida silikon-alumina-silika-aluminium lembaran yang mampu untuk pengelasan laser dan metode penyiapannya. Metode tersebut terdiri dari tahap yang mencakup pertama menyiapkan serbuk granulasi karbida silikon dan serbuk granulasi silikon; selanjutnya menyiapkan bagian karbida silikon-silikon lembaran yang di fabrikasi; dan terakhir mengadopsi metode infiltrasi tekanan fase likuid vakum untuk mempersiapkan material komposit karbida silikon-alumina-silika-alumina.

CN.104709913A mengungkapkan tentang metode penyiapan serbuk silika berukuran nano dengan menggunakan metode elektrolitik dua-ruangan, densitas arus elektrolitik dari elektroda inert di kontrol di dalam ruang anoda, dibawah pengaruh pengadukan yang sangat cepat, dengan mengurangi nilai Ph dari larutan sodium silikat dalam ruang anode, deposisi asam silisik ultra dapat di peroleh, tahap penyaringan, membersihkan dengan air deionisasi, membersihkan dengan air deionisasi, membersihkan dengan alkohol ethil absolut dan pengeringan yang di lakukan untuk mendapatkan serbuk asam silisik ultrafin, dan serbuk silika ber level nano dengan granulasi sekitar 60-85nm dapat di hasilkan dengan pirolisasi suhu tertentu.

Dari ketiga dokumen pembanding tersebut tidak ada satupun dokumen pembanding yang mempunyai fitur-fitur dari invensi. Oleh karena itu klaim invensi ini adalah baru.

Kombinasi dari ketiga dokumen pembanding tersebut diatas tidak dapat mengungkapkan atau mengarahkan kepada proses yang diungkapkan dalam klaim 1 invensi, sehingga klaim 1 invensi ini dinyatakan mengandung langkah inventif.

Klaim 1 invensi ini dapat diterapkan dalam industri terutama industri untuk mendapatkan komposit aluminium berpenguat nano silika.

Klaim 2 adalah produk yang dihasilkan oleh proses dari klaim 1.

Oleh karenanya, Pemeriksa menilai bahwa klaim 1-2 invensi sekarang dapat dianggap jelas, memenuhi Pasal 2, Pasal 3, Pasal 5 dan ketentuan lain di dalam Undang-undang Nomor 14 tahun 2001 tentang Paten.

B. Kesimpulan

Permohonan paten ini dapat dipertimbangkan untuk diberi paten karena:

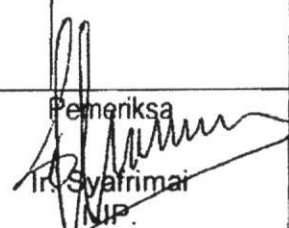
1. Butir A di atas;
2. Dokumen pembanding yang tersedia tidak mengantisipasi kebaruannya;
3. Kombinasi dokumen pembanding yang tersedia tidak mengantisipasi langkah inventifnya;
4. Dapat diterapkan dalam industri;
5. Telah memenuhi ketentuan-ketentuan lain dalam UU Paten RI.

5 Klaim mandiri ada 2, yaitu klaim: 1 dan klaim 2

Pemeriksa ,

Ir. Syafrimai
NIP. 196005041992031002

LAPORAN HASIL PENELITIAN

Dokumen pembanding yang relevan dengan invensi			P- 00201406440
Kategori	Lokasi dokumen yang relevan	Relevan dengan klaim	Klasifikasi IPC edisi 8
Kategori	Dokumen Terkait	Relevan klaim	B 32B 15/00, 15/04, C 04B 35/00
A	EP.2,325,153A1	1-2	Bidang teknik yang dipakai untuk Penelitian (IPC ed. 8)
A	CN.101973144A	1-2	
A	US.2011/0198771A1	1-2	
Tempat Penelitian			Pemeriksa  Ir. Syarifurrahman NIP. 196005041992031002
Tanggal penyelesaian penelitian 31-10-2016			
Kategori dokumen pembanding			
X: Terutama relevan/terkait bila dokumen tersebut digunakan tunggal Y: Terutama terkait bila dokumen ini digabung dengan dokumen lain dalam kategori yang sama A: Latar belakang teknik D: Dokumen yang dinyatakan dalam permohonan O: Penyingkapan tidak tertulis T: Teori atau prinsip yang mendasari invensi L: Dokumen yang dinyatakan untuk alasan lainnya		E: Dokumen pembanding dipublikasikan pada atau setelah tanggal penerimaan tetapi mempunyai tanggal prioritas yang lebih awal dari tanggal penerimaan permohonan P: Dokumen pembanding dipublikasi di antara tanggal publikasi permohonan paten &: Anggota dari famili paten yang sama dari dokumen yang terkait	

KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA R.I
DIREKTORAT JENDERAL
HAK KEKAYAAN INTELEKTUAL

**Formulir Permintaan
Pemeriksaan Substantif Paten**



Diisi oleh petugas

Tanggal pengajuan : 21 NOV 2014

Dengan ini saya/kami ¹⁾

Diisi oleh petugas

(71) Nama : Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

[]

Alamat ²⁾ : Kampus ITS Sukolilo, Surabaya

Warga Negara : Indonesia

Telepon : 085850493870

NPWP (jika ada) :

yang telah mengajukan permintaan paten
sendiri/melalui Konsultan Paten

(74) Nama Konsultan HKI : x x

[]

Nomor Konsultan HKI : x x

[]

dengan :

(65) Nomor Permintaan Paten : P00201406440

[]

(22) Tanggal penerimaan
permintaan paten : 23 Oktober 2014

[]

(54) Judul penemuan : KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO
SILIKA DAN PROSES PEMBUATANNYA

[]

mengajukan permintaan pemeriksaan substantif untuk
minta paten tersebut diatas.

[]

Bersama ini, saya/kami sampaikan :

[X] biaya pemeriksaan substantif Paten Rp 2.000.000,-

[]

(..... == dua juta rupiah ==)

[] biaya klaim yang belum dibayar buah @ Rp
sejumlah Rp.

(.....)

[] kekurangan-kekurangan lain yang rincian ringkasnya tersebut
dalam lampiran formulir ini.

yang mengajukan permintaan

Form No. 017/P/HAKI/1999



Prof. Dr. Darminto, M. Sc

HKI.3.56135/2014***09. Permohonan Pemeriksaan Substantif Paten*** 21/11/2014 10:00:42***PRATIWI***
2.000.000.00***63***20/11/2014***Terkaif dengan:
P00201406440/****KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT***



KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA R.I
DIREKTORAT JENDERAL HAK KEKAYAAN INTELEKTUAL

dibuat rangkap 4



Formulir Permohonan Paten

Diisi oleh petugas

Tanggal Pengajuan : **23 OCT 2014**

Nomor permohonan : **P00201406440**

Dengan ini saya/kami ¹⁾ : (71) Nama : Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Alamat ²⁾ : Kampus ITS Sukolilo Surabaya Warga Negara : Indonesia Telepon : 085850493870 NPWP :		
Mengajukan permohonan paten/ paten sederhana		[]
Yang merupakan permohonan paten Internasional/PCT dengan nomor :		
(74) melalui /tidak melalui *) Konsultan Paten Nama Badan Hukum ³⁾ : = = Alamat Badan Hukum ²⁾ : = = Nama Konsultan Paten : = Alamat ²⁾ : Nomor Konsultan Paten : = Telepon/fax :		[]
(54) dengan judul invensi : KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO SILIKA DAN PROSES PEMBUATANNYA		[]
Permohonan Paten ini merupakan pecahan dari permohonan paten nomor :		[]

(72) Nama dan kewarganegaraan para inventor : Munasir, S.Si.,M.Si.....warga negara.....Indonesia..... Prof. Dr. Darminto, M.Sc.....warga negara.....Indonesia..... Dr.rer.net. Triwikantoro, M.Si.....warga negara.....Indonesia..... Dr. Moch. Zainuri, M.Si.....warga negara.....Indonesia..... warga negara.....	<u>Diisi oleh petugas</u> []
(30) Permohonan paten ini diajukan dengan/tidak dengan *) Hakprioritas⁴) Negara : Tgl. Penerimaan permohonan Nomor prioritas 	[]
Bersama ini saya lampirkan⁵) : 1 (satu) rangkap : [] surat kuasa [X] surat pengalihan hak atas penemuan [] bukti pemilikan hak atas penemuan [] bukti penunjukan negara tujuan (DO/EO) [] dokumen prioritas dan terjemahannya [] dokumen permohonan paten internasional/PCT [] sertifikat penyimpanan jasad renik dan terjemahannya [] dokumen lain (sebutkan) : Dan 3 (tiga) rangkap invensi yang terdiri dari : [X] uraian⁹..... halaman [X] klaim⁸..... buah [X] abstrak [] gambar¹¹..... buah	[] [] [] [] [] [] [] []
Saya/kami usulkan, gambar nomor⁴..... dapat Menyertai abstrak pada saat dilakukan pengumuman atas Permohonan paten (UU No. 14 Tahun 2001)	[]

Demikian permohonan paten ini saya/kami ajukan
Untuk dapat diproses lebih lanjut

Penohon,



(Prof. Dr. Darminto, M. Sc ⁶⁾
Ketua LPPM - ITS

Keterangan :

1. Jika lebih darisatuorangmaka cukup satu saja yang dicantumkan dalam formulir ini sedangkanlainnyaharap ditulis pada lampiran tambahan.
2. Adalah alamat kedinasan/surat-menyurat
3. Jika konsultan Paten yang ditunjuk bekerja pada Badan Hukum tertentu yang bergerak dibidang konsultan paten maka sebutkan nama Badan Hukum yang bersangkutan.
4. Jika lebih dari ruang yang disediakan agar ditulis pada lampiran tambahan
5. Berilah tanda silang pada jenis dokumen yang saudara lampirkan
6. Jika permohonan paten diajukan oleh :
 - Lebih dari satu orang, maka setiap orang ditunjuk oleh kelompok /group
 - Konsultan Paten maka berhak menandatangani adalah konsultan yang terdaftar di Kantor Paten.

*) Coret yang tidak sesuai.

Form No. 001/P/HKI/2000

Tidak boleh diperbanyak dengan foto copy.

Deskripsi

KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO SILIKA DAN PROSES PEMBUATANNYA

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan komposit aluminium berpenguat nano silika berbasis pasir silika (Al/SiO_2);
 10 lebih khusus invensi ini adalah proses penyiapan silika (SiO_2) serbuk berukuran nano dari bahan alam pasir silika, dan proses pembuatan komposit Al/SiO_2 .

Latar Belakang Invensi

15 Silika adalah senyawa silicate yang paling sederhana, pada struktur ini memiliki perbandingan atom Si dan O sebesar 1:2. Penyusunan atom Si dan O pada kristal SiO_2 dalam 3 dimensi terbentuk karena tiap-tiap atom O pada ujung-ujung tetrahedral berikatan dengan atom Si. Secara umum ada 3 fase struktur
 20 kristal dari silika, yaitu kuarsa, kristobalit, dan tridimit. Struktur kristal silika umumnya memiliki densitas rendah (misalnya kuarsa hanya memiliki densitas 2.65 g/cm^3), di sisi lain silika memiliki titik lebur yang tinggi (sekitar 1710°C), oleh ikatan inter-atomik Si dan O pada Silika. Ukuran partikel
 25 penyusun diyakini akan memperbaiki sifat dan kualitas produk material baru. Nano silika selama ini dapat diproduksi secara komersial menggunakan prekursor seperti: TEOS (tetraethyl orthosilicate), TMOS (tetramethoxilane), alkoxylane, dan larutan gelas; dalam bentuk produk komersial seperti: Silica Gel,
 30 Precipitat Silika, Silika sol, dan fume silka. Selain itu nano silika dapat disintesis dari bahan organik seperti sekam padi, abu tebu, juga dari bahan anorganik seperti pasir Diorite, limbah kaca, dan pasir kuarsa. Nano silika dari bahan anorganik ini dapat diperoleh melalui pembentukan senyawa kalium silikat
 35 atau natrium silikat sebagai prekursor. Prekursor disiapkan

melalui reaksi antara material anorganik dengan senyawa alkali (KOH, NaOH dan Na_2CO_3) dengan alkalifusi / proses kering, pembakaran didalam tungku pada temperatur $\geq 350^\circ\text{C}$ (KOH), $\geq 500^\circ\text{C}$ (NaOH) dan $\geq 1100^\circ\text{C}$ (Na_2CO_3). Penggunaan temperatur yang sangat tinggi ini dianggap sangat tidak efisien, dan secara ekonomi sangat mahal. Selain dengan proses kering, juga bisa digunakan proses basah, hidrotermal didalam sebuah autoclaf dengan tekanan 2,5 atm; proses ini juga ditengarai masih belum efisien.

Aluminium merupakan salah satu jenis logam bukan besi yang paling populer digunakan sebagai komposit matrik aluminium (AMCs), yang memiliki densitas yang rendah sehingga sangat ringan, dan memiliki sifat yang tahan korosi tinggi karena pembentukan lapisan tipis oksida pada permukaannya yang dibentuk oleh oksidasi dengan oksigen dalam udara (Al_2O_3). Konduktivitas panas yang baik, kekuatan tinggi, mudah dibentuk, dan mempunyai daktilitas yang tinggi (keuletan yang bagus).

Sejauh ini studi performa anti-korosi pada material komposit Al/ SiO_2 belum ditemukan; demikian pula untuk partikel nano SiO_2 yang diproses dari bahan alam (misal pasir kuarsa) untuk penguat matrik Al murni juga belum ditemukan. Peningkatan kualitas material dengan penambahan unsur penguat yang memiliki sifat anti korosi yang baik dan kapasitas panas yang rendah diyakini akan mampu memperbaiki sifat anti-korosi material pada medium korosif dengan temperatur tinggi. Sifat yang sangat baik yang dimiliki oleh SiO_2 tentu sangat prospek untuk diaplikasikan sebagai reinforced pada material komposit Al/ SiO_2 . Porositas yang mungkin terjadi pada Al/ SiO_2 dapat direduksi dengan memperkecil ukuran partikel SiO_2 hingga orde nano; namun demikian dengan sifat partikel SiO_2 orde nano yang cenderung sulit terdispersi (agglomeration), justru akan memperbesar rongga (voids) dan penurunan densitas komposit Al/ SiO_2 . Adanya fenomena tersebut, metode pencampuran antara Al dan SiO_2 serta besarnya komposisi fraksi volume SiO_2 sangat berpengaruh.

Dalam invensinya, Michihiro Nakamura dalam paten US8455255-B2, mengklaim bahwa nano silika dapat sintesis dari bahan

komersial, seperti: MPS, MPES, MPDMS, EpoPS, TCPS dan AcPS serta berbagai karakterisasi yang telah dilakukan, partikel nano silika berpotensi dapat diaplikasikan sebagai perantara (agent) prophylactic, therapeutic, dan perantara diagnosa pada kesehatan gigi, dunia medis dan kedokteran hewan.

Weidong Li, dkk dalam paten US7781060-B2, yang dipublikasi pada tanggal 24 Agustus 2010, menginvensi bahwa Hollow silika dapat dengan baik membentuk kulit/lapis (*shell*) yang terpisah-pisah, sehingga mempunyai ukuran tiap lapis berbeda dan mempunyai sifat dispersi yang baik, serta dapat dengan baik berikatan antar muka dengan polimer secara baik membentuk material komposit.

Hee-Dong Jang, dkk dalam paten US 2008/00885232 A1, mengklaim dapat melakukan sintesis nano silika dari bahan batuan lumpur silika (*siliceous mudstone*), melalui *step flame spray pyrolysis* dari sodium silikat yang diperoleh dari reaksi kimia batuan lumpur silika dengan natrium hidrosida; namun kelemahannya masih menggunakan temperatur yang tinggi.

Walker, dkk. dalam paten US 5106702, mengajukan invensi bahwa sifat mekanik material paduan aluminium, seperti ketangguhan dan keuletan dapat ditingkatkan dengan melakukan rekayasa menjadi material komposit dengan penambahan penguat dari partikel keramik. Bertolak dari invensi ini, pasir silika dengan melalui proses pengecilan ukuran hingga orde nano dengan kemurnian SiO_2 yang tinggi sangat memiliki prospek untuk di aplikasikan sebagai penguat dan membentuk material baru komposit aluminium (Al/SiO_2) dengan performa mekanik dan tahan korosi pada medium temperatur tinggi yang baik.

Uraian Singkat Invensi

Tujuan utama dari invensi ini adalah untuk mengatasi kelemahan-kelemahan yang terdapat pada invensi-invensi sebelumnya; mengajukan alternatif penggunaan pasir silika sebagai komponen bahan komposit logam aluminium. Tujuan selanjutnya dari invensi ini adalah [1] Proses pembuatan

komposit Aluminium berpenguat nano silika dari pasir silika, dengan langkah-langkah: mencuci pasir silika dengan aquades untuk membuang pengotor organik; mengeringkan pasir silika pada temperatur 80-100°C selama 1-2 jam; menghaluskan pasir silika sehingga berukuran 200-250 mesh; melakukan perendaman pasir silika dalam larutan HCl 2M selama 12-24 jam; mencuci pasir silika dengan aquades berulang-ulang hingga bersih ($\text{pH} = 7$; mengeringkan pasir silika pada temperatur 100°C selama 1-2 jam; mengekstraksi pasir silika menggunakan senyawa alkali (NaOH) dengan molaritas 4-7M, dengan cara sebagai berikut: menimbang pasir silika sebanyak 4-10 gram, menyiapkan larutan senyawa alkali NaOH 4-7 Molar sebanyak 100-150 ml selanjutnya memasukan pasir silika pada larutan senyawa alkali, selanjutnya memanaskan pada temperatur 85-100°C, sambil mengaduk dengan magnetik stirer dengan kecepatan 200-250 rpm; sehingga diperoleh senyawa sodium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) fase padat (berwarna putih bersih), mengencerkan senyawa $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$ dengan aquades 100-150 ml dan di diamkan selama 4-24 jam; melakukan penambahan larutan asam kuat HCl 2-4 molar secara bertahap sambil dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer secara kontinu dengan kecepatan 200-250 rpm sehingga pada pH 8 sampai pH 7 terbentuk buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ berwarna putih; memisahkan produk buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ dari NaCl dengan menyaring dan mencuci dengan aquades; mengeringkan buburan silisit pada temperatur 100-150°C sehingga diperoleh serbuk nano silika; menyiapkan komposisi serbuk aluminium (Al) dan serbuk nano silika (SiO_2) dengan menggunakan perbandingan persen berat, $(1-x)\text{Al} : x\text{SiO}_2$ untuk $x = 2,5-30 \text{ Wt\%}$; mendispersikan serbuk nano silika dalam larutan N-Butanol hingga betul-betul merata, mengaduk dengan magnetik stirer selama 1-2 jam; mencampurkan serbuk Al dan dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200-250 rpm selama 2-3 jam hingga diperoleh campuran Al dan SiO_2 yang homogen; mengeringkan pada temperatur 150-200°C selama 2-3 jam; mencetak dengan kompaksi dingin, dengan besar tekanan sekitar 200 MPa; melakukan sintering dalam tungku vakum udara

dengan temperatur pre-sintering 200°C selama 30 menit dan temperatur sintering 500-550°C selama 2-2,5 jam; dan [2] Komposit Aluminium berpenguat nano silika berbahan dasar dari pasir kuarsa (Al/SiO_2) yang dihasilkan.

5

Uraian Singkat Gambar

Gambar 1, adalah gambar difraksi sinar X dari nano silika hasil sintesis dari pasir silika.

10 **Gambar 2**, adalah serapan gelombang infra-merah (FTIR) sampel nano silika hasil sintesis dari pasir silika dan dari bahan komersial. Gugus fungsional dari nano silika, yaitu Si-O, O-Si-O dan -OH sudah ada.

Gambar 3, adalah gambar difraksi sinar-X sampel Al/SiO_2
15 dibandingkan dengan sampel Al murni.

Uraian Lengkap Invensi

Nano silika sebagai penguat komposit aluminium Al/SiO_2 disiapkan dari proses ekstraksi dan sintesis dari bahan pasir silika (yang tersedia sangat melimpah di Indonesia).Keunggulan dari invensi ini dibanding dengan invensi sebelumnya adalah proses hidrotermal berlangsung pada temperatur rendah ($<100^\circ\text{C}$), dan pada tekanan 1 atm. Larutan natrium silikat sebagai precursor disiapkan dengan metode hidrotermal, serbuk pasir silika setelah dicuci dengan aquades untuk membuang pengotor organik, kemudian dikeringkan. Selanjutnya pasir kuarsa dihaluskan hingga berukuran 200-250 mesh, kemudian direndam dalam HCl 2-4M selama 12-24 jam. Tahap berikutnya pasir silika dicuci dengan aquades kembali hingga HCl terbuang seluruhnya (pH = 7) dan kemudian dikeringkan. Serbuk pasir silika dan larutan senyawa alkali (NaOH) 4-7 Molar, dengan perbandingan SiO_2 (pasir silika): NaOH = x: (1-x) diaduk secara kontinu dengan kecepatan 200-250 rpm, sambil dipanaskan pada temperatur 85-100°C dan pada tekanan 1 atm, sehingga terjadi reaksi kimia dan diperoleh
35 $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$ (sodium silikat fase padat); ini adalah hasil

ekstraksi pasir silika dengan proses hidrotermal, hasilnya berupa sodium silikat fase padat (*solid solutions*). Dengan menambahkan 150-200 ml aquades, diperoleh larutan sodium silikat, dengan kertas saring dilakukan penyaringan, diperoleh prekursor sodium silikat.

Tahapan sintesis nano silika dari prekursor sodium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) secara keseluruhan adalah sebagai berikut: prekursor sodium silikat setelah didiamkan selama 4-24 jam; dilakukan penambahan larutan asam kuat HCl 2-4 molar secara bertahap (proses titrasi) sambil dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer secara kontinu dengan kecepatan 200-250 rpm sehingga pada pH 8 sampai pH 7 terbentuk buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ berwarna putih. Endapan berwarna putih tersebut kemudian didiamkan (*di-aging*), agar terjadi pematangan ikatan gugus atomik dalam silika, yaitu silanol ($\text{Si}-\text{OH}$) dan siloksan ($\text{O}-\text{Si}$, $\text{O}-\text{Si}-\text{O}$). Proses aging ini akan berpengaruh terhadap proses aglomerasi dan agregasi antar partikel SiO_2 . Setelah proses aging dilakukan pemisahan produk hasil proses, yaitu buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ dari NaCl dengan menyaring dan mencuci dengan aquades berulang-ulang sehingga dipastikan NaCl sudah terbuang sempurna. Proses pengeringan buburan silisit hasil proses (berwarna putih bersih) pada temperatur 100-150°C sehingga diperoleh serbuk nano silika. Penggunaan variasi molaritas senyawa alkali (NaOH, KOH atau Na_2CO_3) dan variasi pH akhir saat proses titrasi (penambahan HCl pada prekursor sodium silikat) ternyata menghasilkan karakteristik (ukuran partikel, porositas dan jumlah hasil produksi) sampel nano silika yang berbeda. Produk nano silika pada umumnya mempunyai fase amorf, namun pengaruh temperatur dan lama waktu saat proses hidrotermal serta pH menunjukkan ada tren pembentukan fase kuarsa dan kristobalit (rendah). Gugus fungsional hidroksida ($-\text{OH}$), silanol ($\text{Si}-\text{OH}$) dan siloksan ($\text{O}-\text{Si}$, $\text{O}-\text{Si}-\text{O}$) teramati pada hasil analisis FT-IR (Gambar 2). Profil produk silika serbuk juga menunjukkan bentuk cenderung bulat dan lonjong, dan ukuran sudah pada rentang 30-100 nm, dan pola formasi ikatan butiran silika (SiO_2 tetrahedral) membentuk seperti

rantai berpola seperti cincin. Produk nano silika amorf ini, jika dikalsinasi pada temperatur 850-1000°C sudah mulai berubah fase menjadi nano silika kristalin (fase kuarsa, kristobalit dan tridimit).

- 5 Proses pembuatan komposit aluminium berpenguat nano silica berbasis pasir silica ini, aluminium sebagai matrik dan nano silica sebagai penguat (pengisi) komposit. Tahapan dalam pembuatan komposit Al/SiO₂ ini adalah: menyiapkan komposisi serbuk aluminium (Al) dan serbuk nano silica (SiO₂) dengan
- 10 menggunakan perbandingan persen berat, (1-x)Al:xSiO₂ untuk x = 2,5-30 persen berat (Wt%), mendispersikan serbuk nano silica dalam larutan N-Butanol hingga betul-betul merata, mengaduk dengan magnetik stirer selama 1-2 jam, hal ini harus dilakukan karena sifat dari partikel silica ukuran nano ini ada
- 15 kecenderungan beraglomerasi dan agregasi, dengan demikian kemungkinan keberadaan partikel silica yang bergerombol/aglomerasi didalam Al dapat dihindari. Lebih jauh hal tersebut akan mempengaruhi sifat mekanik dan performaa anti-korosi dari komposit Al/SiO₂ sebagai produk ahir nantinya. Mencampurkan
- 20 serbuk Al kedalam nano silica yang terdispersi dalam larutan N-butanol dan dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200-250 rpm selama 2-3 jam hingga diperoleh campuran Al dan SiO₂ yang homogen. Pengeringan hasil pencampuran Al dan nano silica, dilakukan pada temperatur 150-200°C selama 2-3 jam; pada tahapan
- 25 ini dimaksudkan untuk membuang N-butanol dan impuritas lain yang masuk pada saat proses pengadukan.Selanjutnya adalah proses sampel, dilakukan dengan kompaksi dingin, dengan besar tekanan sekitar 185-200 MPa, dengan bentuk cetakan sesuai kebutuhan. Setelah tercetak sampel dilakukan tahapan sintering; pada tahap
- 30 ini dimaksudkan terjadi proses pembuangan gas-gas yang terbawa oleh lubrikan dan kompaksi pada proses cetak, juga terjadinya proses pertumbuhan butiran partikel komposit sehingga meniadakan rongga (void) dan terjadi ikatan antar partikel SiO₂ dan Al. Proses sintering dilakukan dalam tungku vakum udara dengan
- 35 keentuan: temperatur pre-sintering 190-220°C selama 30-40 menit

dan temperatur sintering 500-550°C selama 2-2,5 jam. Pada tahap pre-sintering penaikan temperatur dilakukan secara bertahap 3°-5°/menit, dengan waktu tahan (holding time) selama 15-30 menit. Pada tahan sintering kenaikan temperatur juga bertahap, yaitu 5-10°/menit dan waktu tahan selama 2-2,5 jam; selama proses sintering harus dipastikan tunggu dalam keadaan vakum udara (tidak ada udara/oksigen yang masuk). Setelah proses sintering maka dilakukan proses pendinginan secara bertahap dengan penurunan temperatur 5°-10°/menit hingga mencapai temperatur kamar; diatur sedemikian hingga estimasi butuh waktu sekitar 12-14 jam. Komposit Al/SiO₂ yang dihasilkan mempunyai komposisi 2,5-30% SiO₂. Profile XRD sampel Al/SiO₂ menunjukkan ada pembentukan fase baru, γ -Al₂O₃, diyakini bahwa sampel dengan medium pencampuran-butanol mempunyai fase komposit yang lebih baik. Hasil uji sifat mekanik maupun performa anti-korosi pada medium korosif (misal: NaCl) menunjukkan bahwa faktor komposisi unsur penyusunnya yaitu SiO₂ dan Al berpengaruh.

Klaim

1. Proses pembuatan komposit Aluminium berpenguat nano silika dari pasir silika; dengan langkah-langkah sebagai berikut:

a. mencuci pasir silika dengan aquades untuk membuang pengotor organik;

b. mengeringkan pasir silika hasil proses [a] pada temperatur 80-100°C selama 1-2 jam;

c. menghaluskan pasir silika hasil proses [b] sehingga berukuran 200-250 mesh;

d. melakukan perendaman pasir silika hasil proses [c] dalam larutan HCl 2M selama 12-24 jam;

e. mencuci pasir silika hasil proses [d] dengan aquades berulang-ulang hingga bersih dari HCl (pH = 7);

f. mengeringkan pasir silika hasil proses [e] pada temperatur 100°C selama 1-2 jam;

g. mengekstraksi pasir silika hasil proses [f] menggunakan senyawa alkali (NaOH) dengan molaritas 4-7M;

h. sehingga diperoleh senyawa sodium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) fase padat (berwarna putih bersih);

i. mengencerkan senyawa $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$ hasil proses [h] dengan aquades 100-200 ml dan di diamkan selama 4-24 jam;

j. melakukan penambahan larutan asam kuat HCl 2-4 molar pada hasil proses [i] secara bertahap (proses titrasi) sambil dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer secara kontinu dengan kecepatan 200-250 rpm sehingga pada pH 8 sampai pH 7 terbentuk buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ berwarna putih;

k. memisahkan produk hasil proses [j] buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$ dari NaCl dengan menyaring dan mencucinya dengan aquades;

l. mengeringkan buburan silisit hasil proses [k] pada temperatur 100-150°C sehingga diperoleh serbuk nano silika;

m. menyiapkan komposisi serbuk aluminium (Al) dan serbuk nano silika (SiO_2) dengan menggunakan perbandingan persen berat, $(1-x)\text{Al} : x\text{SiO}_2$ untuk $x = 2,5-30 \text{ Wt\%}$;

- n. mendispersikan serbuk nano silika dalam larutan N-Butanol hingga betul-betul merata, selama 1-2 jam;
 - o. mencampurkan serbuk Al pada hasil proses [n] dan dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200-250 rpm selama 2-3 jam
 - 5 hingga diperoleh campuran Al dan SiO₂ yang homogen;
 - p. mengeringkan hasil proses [o] pada temperatur 150-200°C selama 2-3 jam;
 - q. mencetak hasil pada proses [p] dengan kompaksi dingin, dengan tekanan sekitar 185-200 MPa;
 - 10 r. melakukan sintering dari hasil proses [q] dalam tungku vakum udara dengan temperatur pre-sintering 200°C selama 30 menit dan temperatur sintering 500-550°C selama 2-2,5 jam.
2. Komposit Aluminium berpenguat nano silika berbahan dasar dari
- 15 pasir kuarsa(Al/SiO₂) yang dihasilkan dari proses sebagaimana yang diklaim dalam klaim 1.

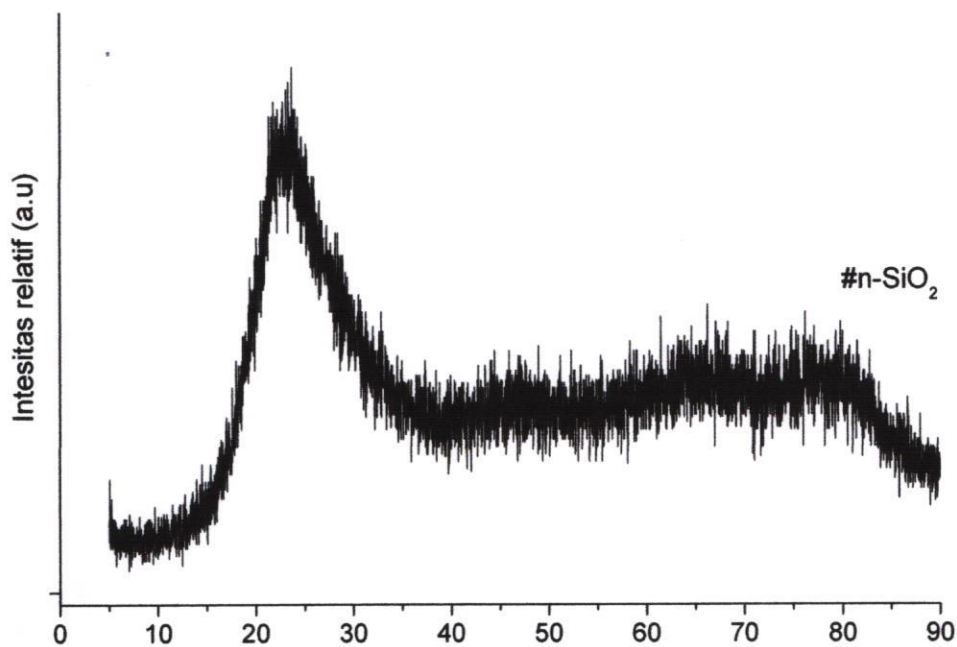
Abstrak**KOMPOSIT ALUMINIUM BERPENGUAT NANO SILIKA DAN PROSES PEMBUATANNYA**

5

Invensi ini berkaitan dengan proses pembuatan komposit aluminium berpenguat nano silika berbasis pasir silika (Al/SiO_2). Proses penyiapan nano silika (SiO_2) dari pasir silika dilakukan melalui proses ekstraksi pasir silika dengan senyawa alkali NaOH 4-7 Molar dengan metode hidrotermal pada temperatur rendah ($<100^\circ\text{C}$) dan tekanan 1 atmosfer, selama 2-3 jam, dilanjutkan dengan proses penambahan HCl 2M, hingga terbentuk buburan silisit $\text{Si}(\text{OH})_4$. Nano silika hasil ekstraksi mempunyai fase amorf, jika dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada temperatur $800-1100^\circ\text{C}$ sudah terbentuk fase kristal (kuarsa, kristobalit dan tridimit). Nano silika amorf selanjutnya dipakai sebagai penguat komposit aluminium. Material komposit aluminium berpenguat nano silika Al/SiO_2 , disiapkan dengan komposisi nano silika persen berat antara 2,5%-30%. Proses pencampuran Al dan nano silika menggunakan medium N-butanol, pencampuran basah selama 2-3 jam. Proses cetak sampel komposit dengan kompaksi dingin 185-200 MPa, dan proses pra-sintering dan sintering masing-masing menggunakan temperatur 200°C (selama 30 menit) dan temperatur $500-550^\circ\text{C}$ (selama 2 jam). Material komposit Al/SiO_2 dengan komposisi Al dan SiO_2 yang bervariasi $(1-x)\text{Al}:x\text{SiO}_2$ berpengaruh terhadap sifat mekanik dan performa anti-korosinya.

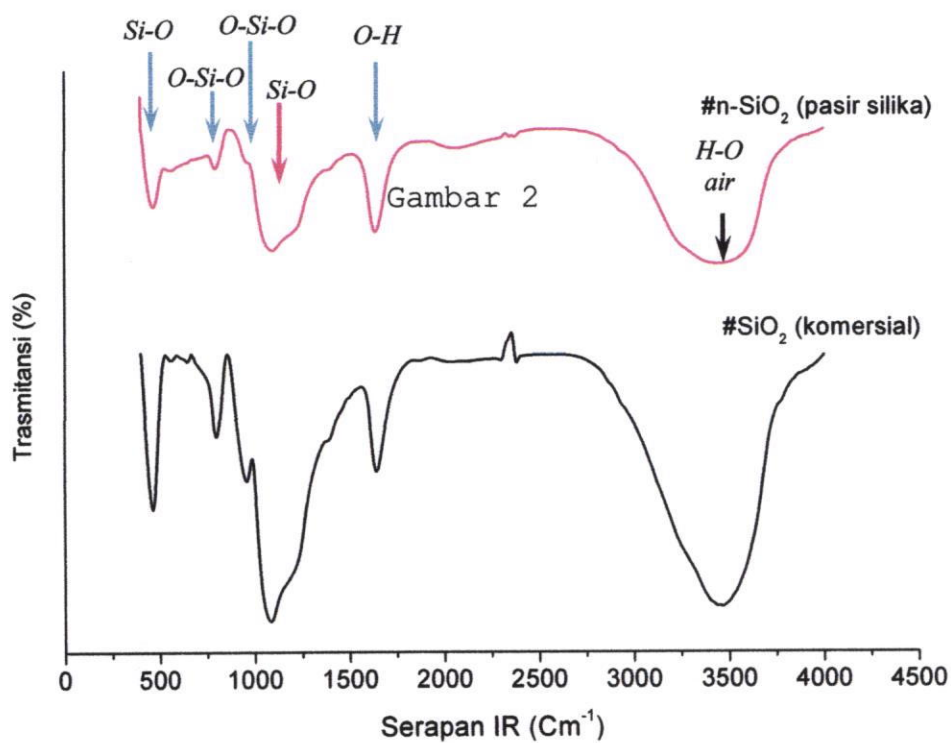
30

5

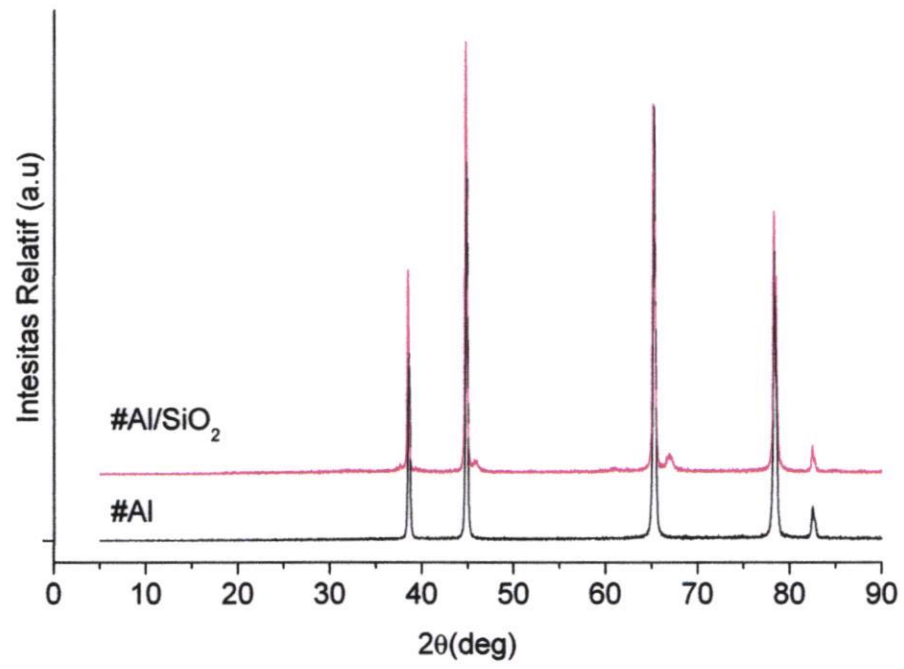


Gambar 1

10



15



Gambar 3