

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 Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : UNIVERSITAS DIPONEGORO
Jalan Prof. Soedarto, SH, Tembalang 50275
Semarang
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : METODE UNTUK PENUMBUHAN MATERIAL CARBON
NANOTUBES (CNT)

Inventor : Dr Agus Subagio, M.Si
Pardoyo, S.Si., M.Si

Tanggal Penerimaan : 04 November 2013

Nomor Paten : IDP000042613

Tanggal Pemberian : 31 Agustus 2016

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 23 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.



00-2017-60154

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

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000042613 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 31 Agustus 2016

(51) Klasifikasi IPC⁸ : C 01B 31/02, H 01G 11/36

(21) No. Permohonan Paten : P00201304504

(22) Tanggal Penerimaan: 04 November 2013

(30) Data Prioritas :

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

(43) Tanggal Pengumuman: 08 Mei 2015

(56) Dokumen Pembanding:

WO2008054541 A2
US 2012 070667 A1
US 20111 86775 A1

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
UNIVERSITAS DIPONEGORO

Jalan Prof. Soedarto, SH, Tembalang 50275
Semarang
INDONESIA

(72) Nama Inventor :
Dr Agus Subagio, M.Si, ID
Pardoyo, S.Si., M.Si, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

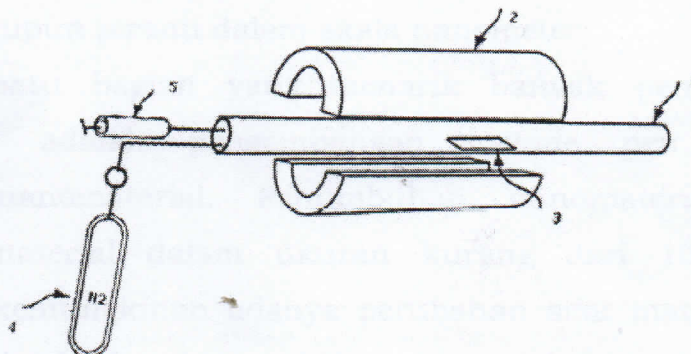
Pemeriksa Paten : Alizar, ST., M.AP

Jumlah Klaim : 5

Judul Invensi : METODE UNTUK PENUMBUHAN MATERIAL CARBON NANOTUBES (CNT)

Abstrak :

Invensi ini berhubungan dengan metode untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) di atas substrat silikon (Si) dengan proses *pyrolysis* untuk mendapatkan struktur tabung berukuran nanometer secara berdiri dan berlapis. Dengan metode tersebut penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dilakukan selama 15-45 menit akan menghasilkan ketebalan lapisan *carbon nanotubes* (CNT) sebesar 0-30 μ m dengan ukuran diameter tabung CNT antara 20-50 nm. Penambahan lapisan kedua *carbon nanotubes* (CNT) dapat dilakukan dengan cara yang sama dengan jeda waktu 30 menit, demikian juga seterusnya untuk lapisan ketiga atau keempat.





Deskripsi

METODE UNTUK PENUMBUHAN MATERIAL CARBON NANOTUBES (CNT)

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) di atas substrat silikon (Si) dengan proses *pyrolysis* untuk mendapatkan struktur tabung berukuran nanometer secara berdiri dan berlapis.

Latar Belakang Invensi

Pada saat ini pengembangan nanoteknologi terus dilakukan oleh para peneliti baik di kalangan akademisi maupun industri. Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional maupun piranti dalam skala nanometer.

Salah satu bagian yang menarik banyak peneliti di bidang nanoteknologi adalah pengembangan metode penumbuhan atau pembuatan nanomaterial. Penumbuhan nanomaterial ini berarti pembuatan material dalam ukuran kurang dari 100 nm dengan konsekuensi kemungkinan adanya perubahan sifat maupun fungsinya. Orang semakin berkeyakinan bahwa material berukuran nanometer mempunyai sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Material ukuran nanometer memiliki sifat-sifat yang lebih kaya karena menghasilkan beberapa sifat yang tidak dimiliki oleh material *bulk*. Lebih menarik lagi bahwa sifat-sifat tersebut dapat diubah-ubah dengan pengontrolan ukuran dan bentuk geometri material, komposisi kimiawi, modifikasi permukaan maupun pengontrolan interaksi antar partikel.

Karakteristik unik yang membuat nanomaterial berbeda dengan material dalam ukuran besar adalah ukuran yang kecil menyebabkan nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume menjadi lebih



besar dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Hal ini membuat nanomaterial bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain.

5 Penelitian material skala nanometer mengalami peningkatan yang cukup signifikan dengan ditandai oleh berbagai penemuan baru untuk berbagai aplikasi diantaranya *carbon nanotubes* (CNT). Material *carbon nanotubes* (CNT) pertama kali ditemukan oleh Iijima pada tahun 1991 telah membuka paradigma baru dalam dunia sains material. Material
10 *carbon nanotubes* (CNT) ini memiliki susunan yang luar biasa dalam hal sifat elektronik, magnetik maupun mekaniknya. Material *carbon nanotubes* (CNT) juga dapat meningkatkan kemampuan penyimpanan ion-ion sehingga akan meningkatkan rapat energi maupun rapat daya jika diaplikasikan sebagai superkapasitor.

15 Beberapa metode untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) telah dilakukan untuk memproduksi dalam skala besar. Ada beberapa metode yang digunakan, antara lain *arc discharge*, *laser ablation*, *chemical vapor deposition* (CVD) maupun *pyrolysis*. Pada metode yang berbasis *arc discharge*, *laser ablation* maupun CVD, biasanya
20 dibutuhkan sistem vakum di dalam pengoperasiannya. Pada metode *pyrolysis* tidak membutuhkan vakum dengan bahan dasar yang digunakan berupa *benzena* sebagai sumber karbon dan *metallocenes* atau *metal chloride* sebagai sumber katalis yang tidak bersifat toksik. Material *carbon nanotubes* (CNT) yang dihasilkan dengan struktur MWNT
25 (*multiwalled nanotubes*) berupa material karbon berbentuk tabung ukuran nano dengan banyaknya dinding tabung lebih dari 1 (satu). Metode ini lebih sederhana dibandingkan dengan metode lainnya dan dapat digunakan untuk memproduksi material *carbon nanotubes* (CNT) dalam skala yang besar.

30 Penemuan ini berhubungan dengan penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dengan struktur tabung berdiri dan berlapis di atas substrat silikon menggunakan metode *pyrolysis* dan dapat dimanfaatkan untuk aplikasi superkapasitor. Material *carbon nanotubes* (CNT) memiliki

A



banyak aplikasi, misalnya untuk membuat divais-divais elektronik seperti transistor CNT-FET, biosensor, superkapasitor, baterai atau penyimpan energi maupun sebagai elektroda pada sistem elektrokimia untuk desalinasi. Material *carbon nanotubes* (CNT) juga memiliki kekuatan sebesar 100 kali lebih kuat dengan hanya 1/6 beratnya dibandingkan baja, sehingga material ini dapat diaplikasikan untuk memperkuat material apapun. Beberapa metode yang digunakan untuk menghasilkan material *carbon nanotubes* (CNT) berbentuk silinder telah dipatenkan untuk aplikasi filter oil maupun bakteri (US20060027499A1) dan untuk filter udara (US007074206B2).

Uraian Singkat Invensi

Satu tujuan spesifik dari invensi ini adalah untuk mengungkapkan jenis baru dari metode dan produk yang memungkinkan penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT). Tujuan lebih lanjut dari invensi ini adalah untuk mengungkapkan suatu material *carbon nanotubes* (CNT). Penggunaannya sebagai material elektroda untuk aplikasi superkapasitor dapat dipadukan dengan material material oksida logam seperti TiO_2 , MnO_2 maupun RuO_2 .

Bahan dasar yang digunakan berupa *ferrocene* sebagai sumber katalis dan *benzene* sebagai sumber karbon. Adapun silikon (Si) digunakan sebagai substrat untuk tempat tumbuh material *carbon nanotubes* (CNT). Metode untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) di atas substrat silikon (Si) berlangsung dengan proses *pyrolysis* dan untuk mendapatkan struktur tabung berukuran nanometer secara berdiri dan berlapis dilakukan pengulangan penginjeksian dengan diberikan waktu jeda diantaranya selama 30 menit untuk setiap lapisan.

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini akan diuraikan secara rinci dengan mengacu pada gambar-gambar yang menyertai, dimana:

A



Gambar 1 merepresentasikan rangkaian peralatan proses yang digunakan dalam metode untuk menumbuhkan material *carbon nanotubes* (CNT).

Gambar 2 merepresentasikan lapisan material *carbon nanotubes* (CNT),

Gambar 3 merepresentasikan ukuran material *carbon nanotubes* (CNT).

Ada beberapa metode untuk penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT), salah satunya metode menggunakan proses *pyrolysis* (gambar 1). *Pyrolysis* merupakan salah satu metode sederhana untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) tanpa sistem vakum. Sistem pemanas atau *furnace* (2) untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dirancang dengan memanfaatkan tabung *quartz* (1) sebagai tempat penumbuhan yang berdiameter 3,5 cm dan panjang 100 cm, serta dipasang secara tidak permanen di dalam pemanas atau *furnace* (2) dengan tujuan untuk mempermudah di dalam pengambilan hasil material *carbon nanotubes* (CNT) yang terdapat di dalamnya.

Telah dilakukan studi terhadap temperatur penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dengan variasi temperatur proses *pyrolysis*. Gambar 3 menunjukkan citra *scanning electron microscope* (SEM) dari material *carbon nanotubes* (CNT) dengan temperatur masing-masing 700°C (3.a), 800°C (3.b), 900°C (3.c) dan 1000°C (3.d).

Pada temperatur 800 dan 900 °C terlihat bahwa ukuran tabung dari material *carbon nanotubes* (CNT) adalah di bawah 100 nm (sekitar 20–50 nm), sedangkan pada temperatur 700 dan 1000 °C menghasilkan ukuran tabung di atas 100 nm. Khusus untuk temperatur sintesis 1000 °C muncul ketidakseragaman ukuran tabung yang dihasilkan.

Perwujudan lain dari invensi ini dapat dilihat dari tabel 1 yang menunjukkan hasil EDS dari masing-masing material *carbon nanotubes* (CNT) yang dihasilkan pada berbagai temperatur penumbuhan, dimana terdapat perbedaan. Semakin tinggi temperatur proses *pyrolysis* maka kandungan karbon juga meningkat dan kandungan Fe sebagai katalis menjadi berkurang.

A



Tabel 1

No.	Temperatur Penumbuhan (°C)	Kandungan unsur (%)	
		C	Fe
1.	700	87,93	12,07
2.	800	89,60	10,40
3.	900	89,67	10,33
4.	1000	90,58	9,42

Perwujudan lain dari invensi ini lebih lanjut dapat diketahui bahwa parameter optimum penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) adalah pada temperatur 900°C dengan ukuran diameter tabung material *carbon nanotubes* (CNT) antara 20-50 nm.

Metode penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dicirikan dimana struktur tabung *carbon nanotubes* (CNT) yang berdiri dan berlapis yang meliputi langkah-langkah: menyiapkan prekursor untuk proses penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT) dengan mencampurkan 0,6 gram *ferrocene* (98%) ke dalam 10 ml *benzene* (99,7%) pada temperatur kamar, tekanan 1 atm sambil diaduk selama 15 menit; menyimpan prekursor ke dalam tabung injeksi (5); menempatkan substrat silikon (Si) (3) dalam tabung *quartz* (1); melakukan *termal cleaning* dengan mengalirkan gas inert, Nitrogen (N₂) atau Argon (Ar) (4) ke dalam tabung *quartz* (1) sambil menaikkan temperatur furnace (2) dari temperatur kamar ke temperatur penumbuhan 700 - 1000°C; menginjeksi prekursor; dan mengambil produk material *carbon nanotubes* (CNT).

Dalam perwujudan dari invensi ini menginjeksi prekursor ke dalam tabung *quartz* (1) dengan kecepatan injeksi 20-40 ml/jam untuk menghasilkan 1 (satu) lapisan *carbon nanotubes* (CNT) berdiri di atas substrat silikon (Si).

Dalam perwujudan lebih lanjut dari invensi ini menginjeksi selama 15-45 menit pada temperature 900°C akan menghasilkan ketebalan lapisan *carbon nanotubes* (CNT) sebesar 10-30 µm dengan ukuran diameter tabung CNT antara 20-50 nm.

Dalam perwujudan lebih lanjut dari invensi ini penambahan lapisan kedua *carbon nanotubes* (CNT) dapat dilakukan dengan cara yang sama



dengan jeda waktu 30 menit, demikian juga seterusnya untuk lapisan ketiga atau keempat.

Dalam perwujudan lebih lanjut dari invensi ini proses penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT) merupakan proses *pyrolysis*.

A

5

1. Menyiapkan prekursor untuk proses penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT) dengan mencampurkan 0,6 gram ferrocene (98%) ke dalam 10 ml benzene (99,7%) pada temperatur kamar, tekanan 1 atm sambil diaduk selama 15 menit.

10

2. Menyimpan prekursor ke dalam tabung injeksi (5) dan memasukkan substrat silikon (5) (3) dalam tabung quartz (1).

3. Melakukan terowong dengan mengalirkan gas inert, Nitrogen (N₂) atau Argon (Ar) (4) ke dalam tabung quartz (1) sambil menaikkan temperatur furnace (2) dari temperatur kamar ke temperatur penumbuhan 700 - 1000°C.

15

4. Menginjeksi prekursor dan mengambil produk material *carbon nanotubes* (CNT).

20

2. Metode menurut claim 1, di mana dimana menginjeksi prekursor ke dalam tabung quartz (1) dengan kecepatan injeksi 20-40 ml/jam untuk menghasilkan 1 meter lapisan *carbon nanotubes* (CNT) berdiri di atas substrat silikon (3).

25

3. Metode menurut claim 1, di mana dimana menginjeksi selama 15-45 menit akan menghasilkan ketebalan lapisan *carbon nanotubes* (CNT) sebesar 10-30 um dengan diameter tabung CNT antara 20-50 nm.

30

4. Metode menurut claim 1, di mana dimana perantara lapisan kedua *carbon nanotubes* (CNT) dapat dilakukan dengan cara yang sama dengan jeda waktu 30 menit, demikian juga seterusnya untuk lapisan ketiga atau keempat.

5. Metode menurut claim 1, di mana dimana proses penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT) merupakan proses *pyrolysis*.



Klaim

1. Metode penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dicirikan dimana struktur tabung *carbon nanotubes* (CNT) yang berdiri dan berlapis yang meliputi langkah-langkah:

- 5 menyiapkan prekursor untuk proses penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT) dengan mencampurkan 0,6 gram *ferrocene* (98%) ke dalam 10 ml *benzene* (99,7%) pada temperatur kamar, tekanan 1 atm sambil diaduk selama 15 menit;
- menyimpan prekursor ke dalam tabung injeksi (5);
- 10 menempatkan substrat silikon (Si) (3) dalam tabung *quartz* (1);
- melakukan *termal cleaning* dengan mengalirkan gas inert, Nitrogen (N₂) atau Argon (Ar) (4) ke dalam tabung *quartz* (1) sambil menaikkan temperatur furnace (2) dari temperatur kamar ke temperatur penumbuhan 700 - 1000°C;
- 15 menginjeksi precursor; dan
- menggambil produk material *carbon nanotubes* (CNT).

2. Metode menurut klaim 1, dicirikan dimana menginjeksi prekursor ke dalam tabung *quartz* (1) dengan kecepatan injeksi 20-40 ml/jam
- 20 untuk menghasilkan 1 (satu) lapisan *carbon nanotubes* (CNT) berdiri di atas substrat silikon (Si).
3. Metode menurut klaim 1, dicirikan dimana menginjeksi selama 15-45 menit akan menghasilkan ketebalan lapisan *carbon nanotubes* (CNT) sebesar 10-30 μm dengan ukuran diameter tabung CNT
- 25 antara 20-50 nm.
4. Metode menurut klaim 1, dicirikan dimana penambahan lapisan kedua *carbon nanotubes* (CNT) dapat dilakukan dengan cara yang sama dengan jeda waktu 30 menit, demikian juga seterusnya untuk lapisan ketiga atau keempat.
- 30 5. Metode menurut klaim 1, dicirikan dimana proses penumbuhan *carbon nanotubes* (CNT) merupakan proses *pyrolysis*.

A



Abstrak

METODE UNTUK PENUMBUHAN MATERIAL CARBON NANOTUBES (CNT)

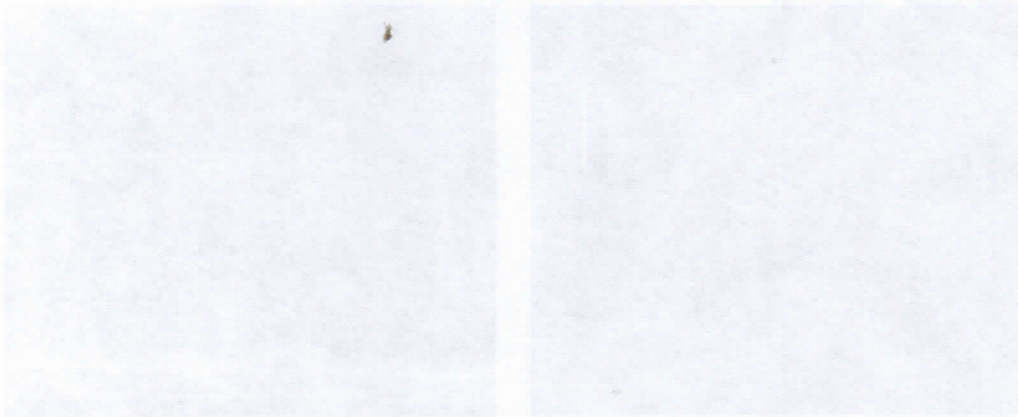
5

Invensi ini berhubungan dengan metode untuk penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) di atas substrat silikon (Si) dengan proses *pyrolysis* untuk mendapatkan struktur tabung berukuran nanometer secara berdiri dan berlapis. Dengan metode tersebut penumbuhan material *carbon nanotubes* (CNT) dilakukan selama 15–45 menit akan menghasilkan ketebalan lapisan *carbon nanotubes* (CNT) sebesar 10–30 μm dengan ukuran diameter tabung CNT antara 20–50 nm. Penambahan lapisan kedua *carbon nanotubes* (CNT) dapat dilakukan dengan cara yang sama dengan jeda waktu 30 menit, demikian juga seterusnya untuk lapisan ketiga atau keempat.

A

20

25



**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 : IDP000042613 Tanggal diberi : 31/08/2016 Jumlah Klaim : 5
Nomor Permohonan : P00201304504 IPAS Filing Date : 04/11/2013
Entitlement Date : 04/11/2013

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	04/11/2013-03/11/2014	02/03/2017	0	5	0	0	0	0	0
2	04/11/2014-03/11/2015	02/03/2017	0	5	0	0	0	0	0
3	04/11/2015-03/11/2016	02/03/2017	0	5	0	0	0	0	0
4	04/11/2016-03/11/2017	02/03/2017	0	5	0	0	0	0	0
5	04/11/2017-03/11/2018	05/10/2017	0	5	0	0	0	0	0
6	04/11/2018-03/11/2019	05/10/2018	150.000	5	75.000	225.000	0	0	225.000
7	04/11/2019-03/11/2020	05/10/2019	200.000	5	100.000	300.000	0	0	300.000
8	04/11/2020-03/11/2021	05/10/2020	200.000	5	100.000	300.000	0	0	300.000
9	04/11/2021-03/11/2022	05/10/2021	250.000	5	125.000	375.000	0	0	375.000
10	04/11/2022-03/11/2023	05/10/2022	350.000	5	125.000	475.000	0	0	475.000
11	04/11/2023-03/11/2024	05/10/2023	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
12	04/11/2024-03/11/2025	05/10/2024	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
13	04/11/2025-03/11/2026	05/10/2025	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
14	04/11/2026-03/11/2027	05/10/2026	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
15	04/11/2027-03/11/2028	05/10/2027	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
16	04/11/2028-03/11/2029	05/10/2028	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
17	04/11/2029-03/11/2030	05/10/2029	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
18	04/11/2030-03/11/2031	05/10/2030	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
19	04/11/2031-03/11/2032	05/10/2031	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000
20	04/11/2032-03/11/2033	05/10/2032	500.000	5	125.000	625.000	0	0	625.000

Biaya yang harus dibayarkan untuk pertama kali hingga tanggal 26/10/2017 (tahun ke-1 s.d 6) adalah sebesar 225.000

- 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 perlindungan 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