

**SINTESA B<sub>4</sub>C DENGAN METODE PEMANASAN  
MENGUNAKAN FLAME**

**TESIS**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Megister science (Msi )**

**OLEH**

**HAMDAN AKBAR NOTONEGORO  
NPM 0606000926**



**UNIVERSITAS INDONESIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM (MIPA)  
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL  
JAKARTA  
DESEMBER 2008**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua  
Sumber baik yang dikutip maupun ditujuk  
Telah saya nyatakan dengan benar**

**Nama : HAMDAN AKBAR NOTONEGORO**  
**NPM : 0606000926**  
**Tanda Tangan :**  
**Tanggal : 9 Desember 2008**

## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh : HAMDAN AKBAR NOTONEGORO  
NAMA : HAMDAN AKBAR NOTONEGORO  
NPM : 0606000926  
Program Studi : Ilmu Material  
Judul Tesis :

### SINTESA B<sub>4</sub>C DENGAN METODE PEMANASAN MENGGUNAKAN FLAME

Telah berhasil dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Megister Science pada Program Studi Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

#### DEWAN PENGUJI

**Pembimbing** : **Dr. Bambang Soegijono** ( )  
**Penguji** : **Dr. Soehardjo P.** ( )  
**Penguji** : **Dr. Azwar Manaf** ( )  
**Penguji** : **Prof. Dr. Ir. Johnny Wahyuadi** ( )  
**Ketua Sidang** : **Dr. Bambang Soegijono** ( )

**Ditetapkan di** : **Jakarta**  
**Tanggal** : **9 Desember 2008**

## SEBUAH KISAH

Tak terasa berakhir sudah masa studiku di **S-2 program pascasarjana Material Science, Universitas Indonesia**. Masih kuingat betapa beratnya di saat-saat awal harus memulainya. Ku pun tak berani tuk membayangkan bagaimana harus menjalaninya walau telah ku kantongki pengumuman bahwa aku telah lulus tes. Jikalau istriku tak membesarkan hatiku pastilah aku sudah mundur.

Uang yang kusimpan telah kugunakan untuk membayar biaya ujian tes masuk dan selebihnya.. untuk makan aku, istri dan seorang anak yang kesayanganku.. maka hanya pada Allah aku gantungkan nasib ini.. hingga akhirnya aku dapat membayar biaya masuk disaat-saat terakhir pendaftaran..

Memang kedua orangtuaku adalah pejabat negara dengan golongan 4 dan menempati instansi yang berwibawa di negeri ini. Tapi bagiku bukanlah suatu kebanggaan kalaulah aku hanya bagai *bulu ketiaknya*.. Pernah aku menumpahkan segala isi dihati kepada seorang sahabat. Namun jawabannya sederhana.. *ya.. dijalani saja.. masalah rejeki mah udah diatur.. yang penting istiqomah dan berusaha..*

Bayangkan saja, berapa biaya yang aku harus keluarkan untuk SPP, trasport, makan, buku-buku, fotokopi, nafkah anak-istri, biaya listrik, telepon, dan lain-lain.. sementara itu aku hanya berjualan madu keliling kantor yang hasilnya *gak puguh*. Bahkan teman-teman sekelasku hampir tidak percaya bahkan tertawa kalau profesiku itu berjualan madu, jamu dan jadi tabib ala terapi alternatif manakala kuperkenalkan diriku diawal kelas.. Namun Allah maha penyayang semua kebutuhan itu terpenuhi walau sempat 1 semester aku mandek karena gak ada duit buat SPP.

Bahkan aku dapat pembimbing tesis yang paham dengan jeritan perutku yang tak bersahabat dengan uang disaku. Beliau hampir selalu mengajakku makan bersamanya.. dan membantu penelitianku.. **Dr. Bambang S.**, ketua program studi Ilmu Material. Daripadanya pula banyak ide-ide usahaku yang berkembang dan memunculkan peluang baru.. semoga Allah membalas kebaikannya dengan balasan kebaikan yang beribu-ribu kali lipat..

Kusadari, bilapun suatu saat nanti Allah memberiku ujian dengan kesuksesan, semoga kisah ini kan selalu mengingatkanku akan kebaikan orang-orang disekelilingku agar tak menjadi orang yang lupa diri.. amin.

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji Syujur kehadiran Allah atas semua rahmat, karunia dan hidayahNya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan tesis ini, dengan judul "sintesa B<sub>4</sub>C dengan PVC". Adapun tesis ini merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister dalam Program Studi Ilmu Material, Program Pasca Sarjana, Universitas Indonesia..

Penulis berharap mudah-mudahan karya tulis ini dapat memberikan manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi di Indonesia. Penulis menyadari bahwa dalam penelitian dan laporan ini masih banyak kekurangannya, oleh karena itu sumbangan kritik, ide dan saran menjadi suatu karya baru yang dikembangkan oleh peneliti-peneliti berikutnya yang melanjutkan penelitian ini.

Dan terakhir, ucapan terima kasih penulis sebanyak-banyaknya kepada berbagai pihak, terutama :

1. Dr Bambang Soegijono, selaku ketua program studi Ilmu material sekaligus pembimbing tesis. Dengan dukungan semangatnya yang terus di tanamkan kepada penulis di setiap kesempatan sangat membantu penulis hingga dapat menyelesaikan tesis ini.
2. Dosen-dosen ilmu material yang telah membantu baik dalam belajar maupun dalam keseharian, pak Suharjo, pak Azwar, pak Hikam, pak Joko dan lain-lain.
3. Staf administrasi ilmu material yang selalu mengingatkan dan membantu dalam segala hal. Mas Suroto, mas Eko, mbak Siti, dan specially mbak lili.
4. Teman-teman senasib, mbak Vira, bu Musni, mbak Yoven, Dwi Nanto, pak Pol, Pak Aritonang, Pak Burmawi, Pak Isom, dan lain-lain.
5. Teman-teman lab Cisco Fisika Depok, Pak Supriyanto, Dwi Seno, Sukarno dan lain-lain.
6. Bapanda Drs. A. Rahman Abror (alm) dan Ibunda Dra. Rosmida M Noor, SH. yang tercinta yang tidak bosan-bosannya mendo'akan ananda.
7. Istriku sayang, Nurlaela SKM. dan anak-anakku Fatimah Nurul Qolbi dan Khadijah Barorotus Salamah yang kukasihi, yang memberikan dorongan semangat untuk maju.

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
TESIS UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : HAMDAN AKBAR NOTONEGORO  
NPM : 0606000926  
Program Studi : Ilmu Material  
Departemen : Fisika  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Tesis

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneklusif ( Non-exclusive Royaltu Free Right) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

**SINTESA B<sub>4</sub>C DENGAN METODE PEMANASAN  
MENGUNAKAN FLAME**

Beserta perangkat yang ada ( jika diperlukan ) Dengan Hak Bebas Royalti Noneklusiv ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tesis saya tanpa meminta izin dari saya dan pembimbing selama tetap mencantumkan nama saya dan pembimbing sebagai penulis /pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta  
Pada tanggal : 9 Desember 2008

Yang menyatakan

( HAMDAN AKBAR NOTONEGORO )

## Abstrak

Telah dilakukan sintesa Boron Karbida dari asam borat ( $H_3BO_3$ ), karbon (C), soda dan PVC dengan berbagai variasi komposisi, yaitu 3,6 gr:1,2 gr:1,2 gr:1,2 gr ; 3,6 gr: 1,2 gr: 1,2 gr: 3,6 gr ; 3,6 gr:1,2 gr:3,6 gr:1,2 gr ; 3,6 gr:1,2 gr:3,6 gr:3,6 gr

Proses reaksi diawali dengan penimbangan, kemudian dilakukan proses pencampuran dan penggerusan menggunakan mortar hingga rata. Hasil pencampuran kemudian di cetak menggunakan dice dengan tekanan  $\pm 10$  Ton, lalu di panaskan dengan menggunakan flame yang plasmanya menyelubungi bahan tersebut masing-masing selama 15 menit. Bahan awal dan hasil pembakaran dikarakterisasi dengan XRD, FTIR dan hasil analisisnya dibantu paket program GSAS.

Hasil analisa fasa memperlihatkan bahwa telah terbentuk Boron Karbida jenis  $B_4C$  pada berbagai variasi komposisi.

**Kata kunci: Asam Borat, Soda, Flame**

## **Abstract**

Boron carbide has been done Synthesized from borat acid ( $H_3BO_3$ ), carbon (C), soda and PVC with different variations of composition, namely 3.6 g: 1.2 g: 1.2 g: 1.2 gr, 3.6 gr : 1.2 g: 1.2 g: 3.6 g, 3.6 g: 1.2 g: 3.6 g: 1.2 g, 3.6 g: 1.2 g: 3.6 gr : 3.6 gr.

The process begins with weighing the reaction, and then mixed with mortar to be more homogen. The Results then mould by dice with the pressure of 10 Ton and burn with the flame that plasma shield the materials each for 15 minutes. Materials that have not been and that has been burned will be done and characterized with the XRD,FTIR and GSAS.

Results of analysis showed that phase of Boron Carbide have a type B<sub>4</sub>C in every variations of composition.

**Keyword: Boric Acid, Soda, Flame**



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b>	<b>iii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b>	<b>v</b>
<b>LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH</b>	<b>vi</b>
<b>ABSTRAK</b>	<b>vii</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GRAFIK</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	<b>xiv</b>
<b>1. PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Tujuan Penelitian	1
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Manfaat Penelitian	2
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>3</b>
2.1 Boron Karbida berbagai penggunaan dan keunggulan sifat-sifatnya	3
2.2 Proses Sintesa Boron Karbida	5
2.2.1 Sintesa Boron Karbida Dengan Polimer	5
2.2.2 Sintesa Boron Karbida Metode Reduksi Carbothermik	5
2.2.3 Sintesa Boron Karbida Dengan $BBr_3$ dan $CCl_4$	6
2.2.4 Sintesa Boron Karbida Metode Pemanasan Mikrowave	8
<b>3. METODE PENELITIAN</b>	<b>13</b>
3.1 Diagram Alir Penelitian	13
3.2 Karakterisasi bahan dan alat	13
3.3 Proses Persiapan Sampel	14
3.3.1 Proses Pembentukan	14
3.3.2 Proses pencampuran	15
3.4 Karakterisasi	16
3.4.1 Analisa Fasa Dengan XRD Dan GSAS	16
3.4.2 Analisa Dengan Fourier Transformation Infra Red	17
3.4.2.1 Persiapan Sampel Metode Pellet KBr	17
3.4.2.2 Persiapan Alat FTIR	17
<b>4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	<b>18</b>
4.1 Hasil Eksperimen	18
4.1.1 Analisa Fasa Dan Struktur Kristal	18
4.1.2 Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Bahan awal	18

4.1.3 Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Hasil Reaksi	20
4.1.4 Pola Ikatan Molekul Hasil Fourier Transformation Infra Red	22
4.1.5 Hasil SEM	24
4.2 Pembahasan	25
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN</b>	<b>27</b>
5.1 Kesimpulan	27
5.2 Saran	27
<b>DAFTAR ACUAN</b>	<b>28</b>



## DAFTAR TABEL

Tabel II.1. Sifat-sifat Boron karbida	3
Tabel III.1 Variasi Komposisi Bahan Awal	15
Tabel IV.1 Hasil XRD sampel B	21



## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Struktur Atom B <sub>4</sub> C.	4
Gambar II.2	Pola difraksi sampel B <sub>4</sub> C	7
Gambar II.3	Hasil TEM	7
Gambar II.4	Citra SEM dari Gel yang terbentuk	9
Gambar II.5	Citra SEM prekursor	9
Gambar II.6	Grafik XRD prekursor yang terkalsinasi	10
Gambar II.7	Spektrum FTIR	10
Gambar II.8	Spektrum FTIR	11
Gambar II.9	Hasil XRD pembentukan prekursor yang dipanaskan	11
Gambar II.10	Citra SEM dari produk yang terbentuk	12
Gambar II.11	TEM image of a CNT's, boron carbide nanofibers	12
Gambar IV.1	Hasil foto SEM B <sub>4</sub> C	25

## DAFTAR GRAFIK

Grafik IV.1 Hasil XRD bahan awal	19
Grafik IV.2 Grafik XRD sampel hasil	20
Grafik IV.3 Hasil GSAS	22
Grafik IV.4 Hasil FTIR dari B <sub>4</sub> C produksi Aldrich	23
Grafik IV.5 Hasil FTIR dari B <sub>4</sub> C sampel B	23



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Tabel puncak-puncak sudut $2\theta$ identitas masing-masing sampel	33
Lampiran 2	Pola difraksi $B_4C$ Aldrich	34
Lampiran 3	Pola difraksi sampel A	35
Lampiran 4	Pola difraksi sampel B	36
Lampiran 5	Pola difraksi sampel C	37
Lampiran 6	Pola difraksi sampel D	38
Lampiran 7	Pola difraksi bahan awal: Soda	39
Lampiran 8	Pola difraksi bahan awal: PVC	40
Lampiran 9	Pola difraksi bahan awal: Asam Borat	41
Lampiran 10	Pola difraksi bahan awal: Karbon	42
Lampiran 11	Database PCPDFWIN: $B_4C$	43
Lampiran 12	Database PCPDFWIN: $B_4C$	44
Lampiran 13	Database PCPDFWIN: $B_{6,5}C$	45
Lampiran 14	Database PCPDFWIN: $B_8C$	46
Lampiran 15	Database PCPDFWIN: $B_{25}C$	47
Lampiran 16	Database PCPDFWIN: C	48
Lampiran 17	Database PCPDFWIN: C	49
Lampiran 18	Database PCPDFWIN: NaCl	50
Lampiran 19	Database PCPDFWIN: NaCl	51
Lampiran 20	Database PCPDFWIN: NaCl	52

# Bab 1

## Pendahuluan

### 1.1 Latar belakang masalah

Boron karbida merupakan kelompok material keras non logam ketiga yang telah diketahui dan dapat diproduksi dalam jumlah besar.

Pada umumnya seperti halnya material non oksida, boron karbida sulit untuk disintesa. Pada industri modern Pembuatan boron karbida dilakukan dengan cara klasik yaitu melalui sintesa dari boron dan karbon secara langsung. Biaya yang cukup tinggi menjadikan metode ini tidak menarik secara ekonomis.

Sintesa boron karbida dengan penggunaan temperatur rendah akhir – akhir ini berkembang dengan pesat<sup>[5] [6]</sup>. Antara lain dengan mensintesa boron karbida dari campuran  $\text{CCl}_4$  dan  $\text{BBr}_3$  dengan katalis natrium pada suhu  $450^\circ\text{C}$ ; sedangkan cara lainnya dengan menggunakan pirolisa campuran antara asam borat dengan polivinyl alkohol pada suhu  $400^\circ\text{C}$  dan  $800^\circ\text{C}$ <sup>[6]</sup>.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesa boron karbida menggunakan bahan awal asam borat, karbon aktif, soda dan senyawa PVC yang murah dan mudah didapat untuk menghasilkan boron karbida yang mempunyai struktur atau sifat menuju ke  $\text{B}_4\text{C}$ .

### 1.2 Tujuan penelitian

Judul dari penelitian ini adalah

**“SINTESA  $\text{B}_4\text{C}$  DENGAN METODE PEMANASAN MENGGUNAKAN FLAME”**

dengan tujuan penelitian adalah:

1. Membuat  $\text{B}_4\text{C}$  dengan bahan baku yang mudah didapat di pasaran dengan biaya murah.
2. Mendapatkan  $\text{B}_4\text{C}$  dari reaksi asam borat, karbon aktif, soda dan PVC.
3. Untuk mengetahui proses pembuatan yang optimal dari asam borat, karbon aktif, soda dan PVC pada ruang terbuka tanpa isolasi.

4. Untuk mengetahui jenis dan struktur kristal boron karbida yang terbentuk hasil reaksi asam borat, karbon aktif, dan PVC melalui XRD dengan bantuan software EXPGUI – GSAS

### **1.3 Batasan masalah**

Penelitian yang dilakukan hanya dibatasi pada masalah bagaimana sintesa boron karbida dari bahan asam borat, karbon aktif, soda dan PVC dengan variasi komposisi PVC dan soda terhadap pembentukan boron B<sub>4</sub>C.

### **1.4 Manfaat penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan material B<sub>4</sub>C dengan proses pembuatan yang lebih mudah dan murah dengan menggunakan bahan juga yang relatif murah dan mudah didapat, serta waktu pembuatan yang lebih singkat.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1 Boron Karbida, Berbagai Penggunaan dan Keunggulan Sifat-sifatnya

Boron karbida ( $B_4C$ ) adalah suatu material yang sangat keras yang sangat menarik untuk diteliti baik struktur maupun aplikasinya. Boron karbida juga dikenal sebagai material non metalik dengan titik lebur yang tinggi ( $2450^\circ C$ )<sup>[4]</sup> dan memiliki sifat mekanik yang sangat tinggi.

Selain keunggulan-keunggulan di atas boron karbida juga memiliki sifat – sifat diantaranya, berat jenis yang rendah, modulus yang tinggi, stabilitas kimia yang tinggi, tahan pada temperatur yang sangat tinggi dan memiliki sifat termoelektis yang sangat sempurna.

Dalam kaitan dengan sifat yang menarik ini, boron karbida secara luas digunakan dalam berbagai teknologi modern diantaranya adalah :

- Dijadikan sebagai material yang tahan terhadap abrasive atau pengikisan, contoh water jet cutting, dressing diamond tools dan lain-lain.
- Digunakan sebagai nozzles dan hulu ledak pada sistim persenjataan.
- Digunakan sebagai penyerap neutron yang baik di dalam inti reaktor nuklir dan berpotensi untuk diterapkan pada penerbangan luar angkasa.
- Digunakan pada baju anti peluru, kendaraan perang dan alat – alat militer lainnya.

Berbagai macam sifat boron karbida dapat dilihat pada Tabel 2.1

**Tabel 2.1**

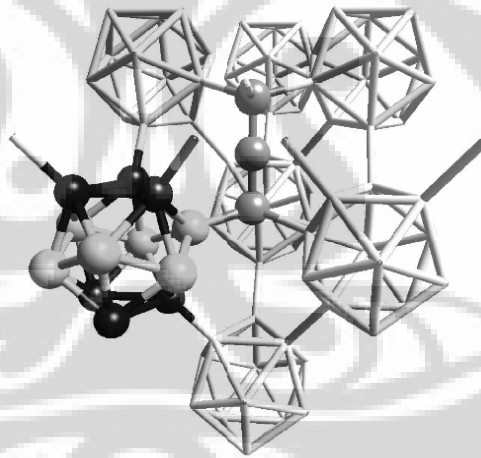
**Sifat – sifat boron karbida**<sup>[1]</sup>

No	Sifat	Nilai	Satuan
1	Densitas	2,52	$g.cm^{-3}$
2	Titik lebur	2445	$(^\circ C)$
3	Kekerasan	2900 - 3580	$(Knoop100g)(kg.mm^{-2})$
4	Fracture Toughness	2,9 – 3,7	$Mpa.m^{-1/2}$
5	Modulung Young	450 - 470	Gpa

6	Konduktivitas Elektrik	140	(pada 25° C) (S)
7	Konduktivitas Termal	30 - 42	(pada 25° C)(W/m.k)
8	Ekspansi Termal	5	Coeff.10 <sup>-6</sup> °C
9	Netron termal	600	(barn)

Boron karbida memiliki struktur rhombohedral dengan 12-icosahedral atom yang dihubungkan dengan ikatan kovalen langsung dan melalui tiga rantai atom intericosahedral sepanjang diagonal utama dari rhombohedron.

Boron karbida menunjukkan rentang perbandingan homogenitas yang lebar dari B<sub>12,15</sub>C<sub>2,85</sub> hingga B<sub>13,65</sub>C<sub>1,35</sub><sup>[5]</sup>. Rentang perbandingan B/C yang lebar dalam boron karbida ini berkaitan dengan penggantian atom boron dengan atom karbon di dalam rantai intericosahedral dan icosahedra dengan fasa tunggal di seluruh range<sup>[7]</sup>.



**Gambar II.1.** Struktur Atom B<sub>4</sub>C. Atom hitam disebut sisi kutub, terikat dengan icosahedra tetangganya. Bentuk atom putih dari hexagon dan terletak pada sisi equator. Atom abu-abu pada rantai, terikat dengan atom equator<sup>[7]</sup>

## II.2 Proses Sintesa Boron Karbida

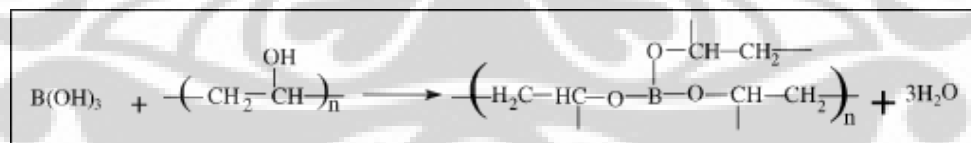
Proses sintesa boron karbida dapat dilakukan dengan berbagai cara. Mulai dari penggunaan polimer sampai dengan penggunaan suhu tinggi. Beberapa proses sintesa itu antara lain:

### II.2.1 Sintesa Boron Karbida dengan polimer

Suatu alternatif baru dalam sintesa boron karbida dapat dilakukan melalui bahan awal polimer. Teknik pembuatan ini menawarkan sejumlah keuntungan antara lain:

- Polimer bisa dibentuk kedalam suatu bentuk yang diinginkan atau dirubah menjadi film tipis.
- Polimer bisa mengalami dekomposisi pada temperatur rendah yang memungkinkan terjadinya formasi material di bawah kondisi-kondisi yang lebih halus dibanding yang digunakan pada teknik konvensional.

Sintesa boron karbida dapat dilakukan dengan menggunakan pentaboranes, borazine dan derivatifnya. Sintesa boron karbida dengan bahan awal polimer, ditentukan oleh perbandingan berat campuran, serta cara bagaimana polimer tersebut bereaksi dan dapat dilakukan pada temperatur rendah<sup>[6]</sup>. Bagaimana polimer tersebut bereaksi dan dapat dilakukan pada temperatur rendah<sup>[6]</sup>.



### II.2.2 Sintesa Boron Karbida Metode Reduksi Carbothermik

Metode ini digunakan untuk menghasilkan suatu bubuk boron karbida yang menggunakan bahan baku murni yang komersil. Asam borat sebagai sumber dari Boron dan karbon aktif serta batubara digunakan sebagai bahan C serta sebagai pereduksi.

Proses termal karbon dan metallotermik, yang murah telah secara luas menghasilkan boron karbida. Asam borat ( $H_3BO_3$ ) dan boron oksida ( $B_2O_3$ ) adalah bahan dasar yang murah, yang dapat dikurangi dengan penggunaan karbon untuk menghasilkan boron karbida. Reaksi antara Asam borat dengan carbon dapat dituliskan sbb<sup>[14]</sup> :



Reduksi oksigen dari  $B_2O_3$  menjadi Boron dan karbon dioksida pada persamaan reaksi (3), secara termodinamis terjadi diatas suhu  $1400^\circ C$ . Untuk seluruh tingkat reaksi, temperatur pada umumnya adalah  $2000^\circ C$ . Mutu dari boron karbida yang diproduksi secara luas tergantung dari teknik reduksi, temperatur dan atmosfernya, sehingga menghasilkan bubuk boron karbida.

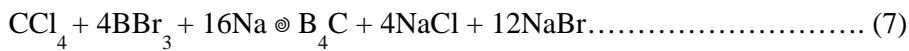
**II.2.3 Sintesa Boron karbida dengan  $BBr_3$  dan  $CCl_4$**

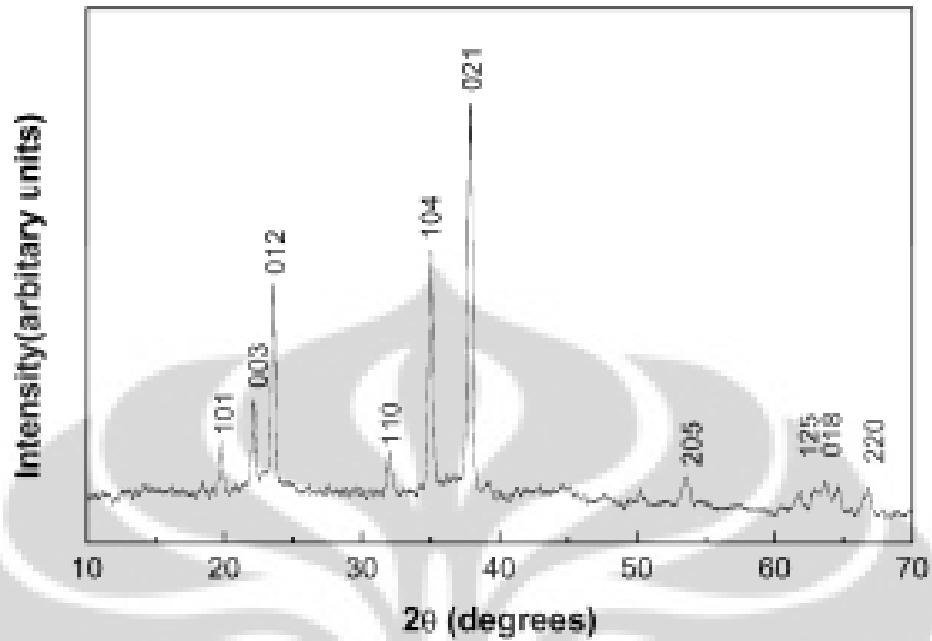
Secara tradisional, Boron karbida dapat dibuat dengan berbagai metode temperatur tinggi, seperti termal karbon reduksi dari boron oksida ( $B_2O_3$ ) pada suhu diatas  $1000^\circ C$  reaksi langsung antara karbon dengan boron<sup>[5]</sup>.

Boron karbida juga dapat dibuat dengan reduksi  $BCl_3$  dengan  $CH_4$  pada temperatur  $1500^\circ C$  dengan laser atau *magnesiothermic reduction*.

Penggunaan metode temperatur rendah untuk mendapatkan kristalin  $B_4C$ .

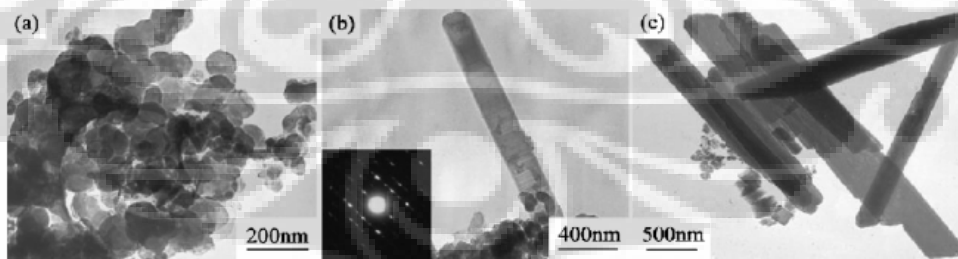
Hal ini dijelaskan mengikuti persamaan reaksi<sup>[5]</sup> :





**Gambar II.2** Pola difraksi sampel  $B_4C$  <sup>[5]</sup>

Pada pola difraksi (Gambar II.6.2), semua puncak dapat ditentukan sebagai  $B_4C$  rhombohedral. Sesudah proses refinement, didapatkan parameter kisi  $a = b = 5.604 \text{ \AA}$ ;  $c = 12.09 \text{ \AA}$  sangat mirip dengan nilai  $B_4C$  ( $a = b = 5.600 \text{ \AA}$ ;  $c = 12.08$ ; JCPDS card, No 350798).



**Gambar II. 3** menunjukkan gambar hasil TEM dan dapat dilihat bahwa jenis kristalin  $B_4C$  terdiri dari partikel berbentuk seperti batang dan bulatan yang seragam. Diameter rata-rata partikel bulat sekitar  $80 \text{ nm}$ . Partikel  $B_4C$  yang berbentuk seperti batang berdiameter sekitar  $200 \text{ nm}$  dan panjang sekitar  $2,5 \text{ }\mu\text{m}$  <sup>[5]</sup>

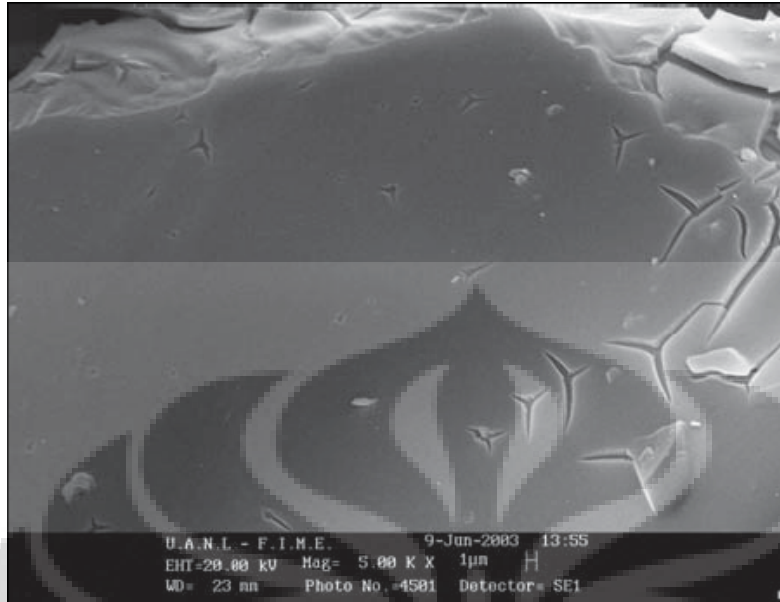
## II.2.4 Sintesa Boron Karbida Metode Pemanasan Mikrowave

Pada tahun 2004 dilakukan sintesa boron karbida dengan teknik pemanasan menggunakan mikrowave adalah salah satu teknik yang dikembangkan dalam menghasilkan sintesa boron karbida dan struktur nano-nya. Dari kemampuan tersebut, boron karbida *nanofiber* diharapkan menjadi sangat bermanfaat dalam pengadaan bahan keramik dengan struktur nano.

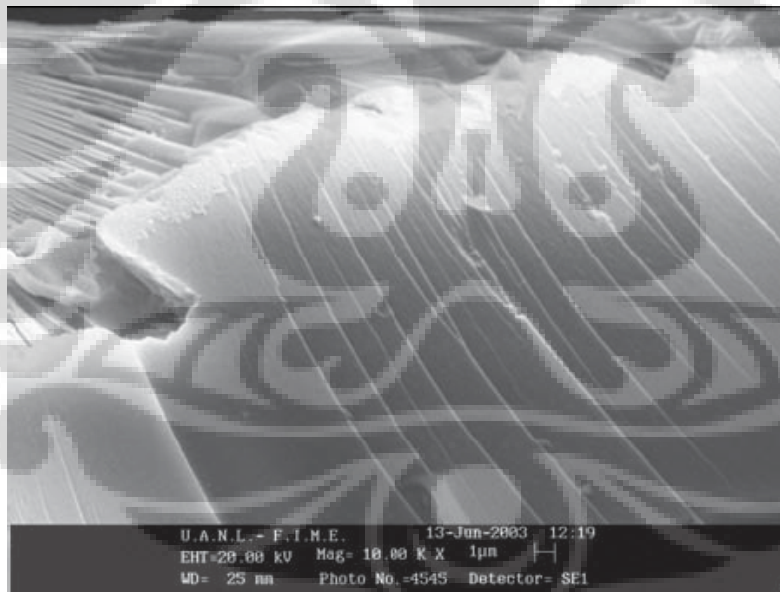
Tujuan penelitian ini adalah menghasilkan molekul prekursor homogen yang reaktif pembentukan untuk boron karbida nanofiber tanpa template menggunakan teknik pemanasan vakum yang memanfaatkan radiasi mikrowave untuk menghasilkan reaksi yang membentuk *nanocompound* dan untuk mengetahui karakterisasi prekursor digunakan X-ray difraksi (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), Transmission Electron Microscope (TEM), dan Fourier Transform Infrared Spectrum (FTIR).

Penyiapan prekursor dilakukan menggunakan boron isopropoxide, magnesium metoksida dan suspensi koloid dari sukrosa yang terkalsinasi sebagai material terkarbonasi. Campuran ini diaduk bersamaan dalam *sol-gel* yang dipanaskan dengan mikrowave pada suhu 70° C sampai molekul tercampur dan tampak kering.

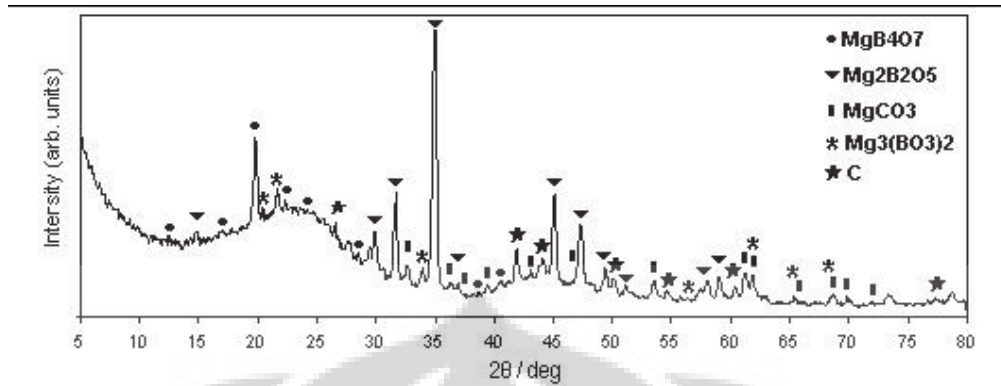
Proses ini dilakukan pada pH 7,5-8,5. pada kondisi ini terbentuk gel berwarna hitam abu-abu. Selanjutnya gel ini dikalsinasi pada temperatur konstan 800 °C selama 4 jam pada furnace biasa pada kondisi terbuka. Prekursor hitam dan getas terbentuk setelah dilakukan pyrolysis terhadap gel dan dicampur dengan 1 wt.% karbon amorf untuk digunakan pada pemanasan mikrowave. Campuran tersebut divakum pada 10<sup>-4</sup> atm dalam kapsul quartz dan dipanaskan dalam oven mikrowave biasa (1400w dengan frekuensi 2,45 GHz).



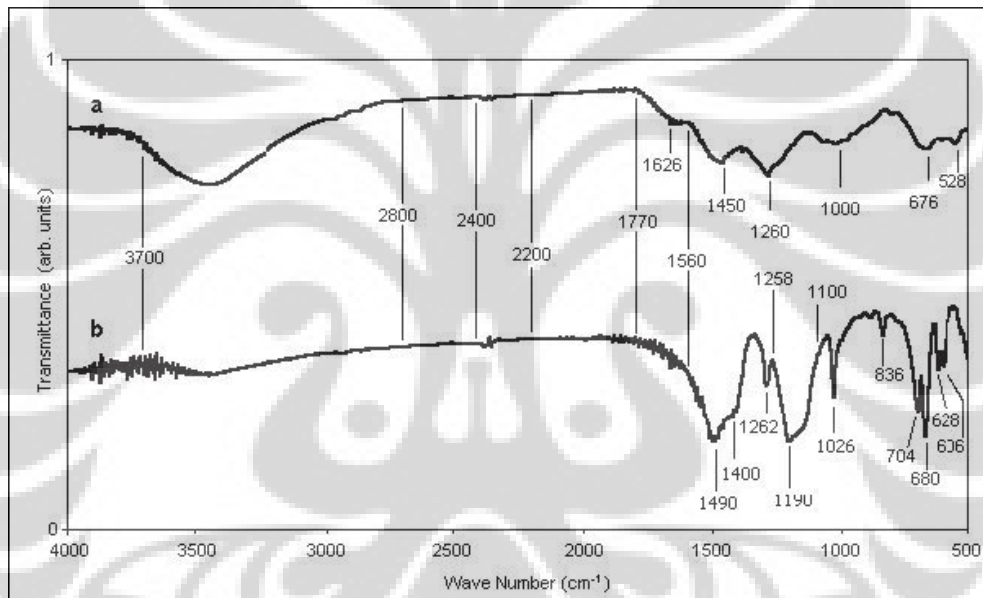
Gambar II.4 Citra SEM dari Gel yang terbentuk.



Gambar II.5 Citra SEM prekursor yang terkalsinasi.



Gambar II.6 grafik XRD prekursor yang terkalsinasi.



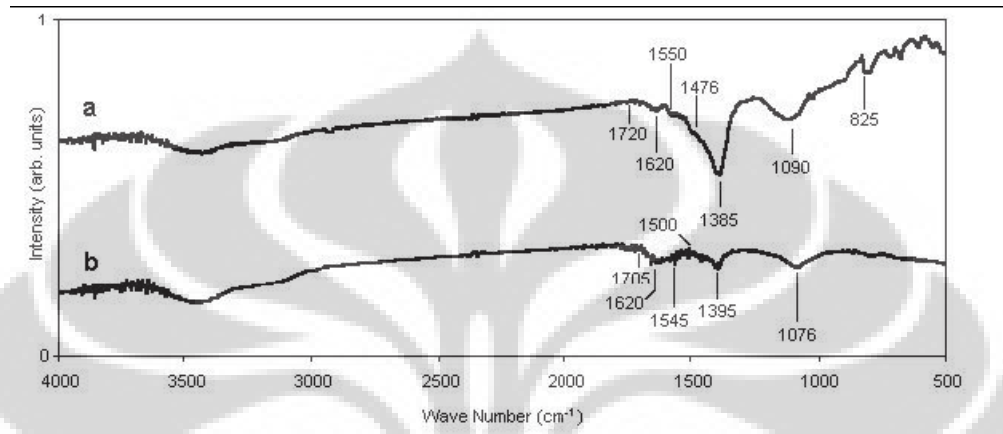
Gambar II.7 (a) spektrum FTIR dari prekursor yang kering, (b) spectrum dari prekursor yang terkalsinasi.

Hasil analisis spektroskopi inframerah dari hasil produk menunjukkan dua puncak utama pada  $1385\text{ cm}^{-1}$  dan  $825\text{ cm}^{-1}$  berkorelasi dengan keberadaan magnesium diboride. Beberapa puncak diketahui mengalami *overlap* dengan pengotor seperti yang tampak pada gambar 5.

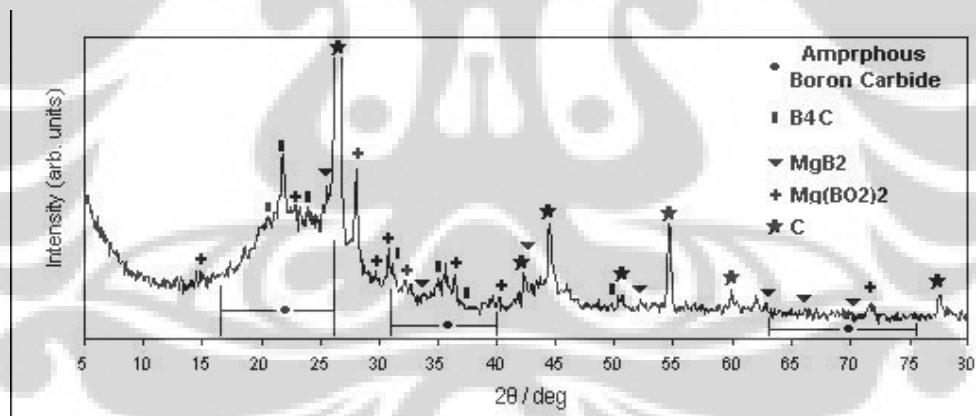
Bahan residu tersebut kemudian di cuci dengan benzen, lalu dengan asam hidroklorik pada suhu  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan terakhir dengan aquades dan aseton. Proses ini bertujuan untuk mendapatkan boron karbida nanofiber yang hasilnya tampak pada gambar 5b.



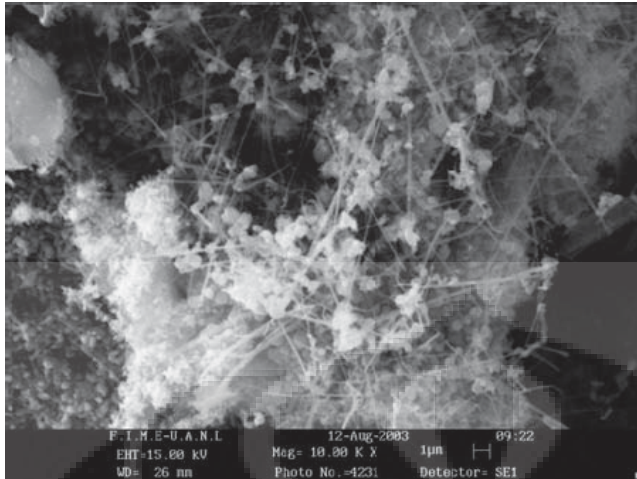
Puncak pada interval  $1075\text{ cm}^{-1}$  dan  $1620\text{ cm}^{-1}$  berhubungan dengan vibrasi tarik dari pusat atom pada rantai tiga atom dari unit sel boron karbida (C-11B-10B; C-10B-C; C-10B-11B; C-10B-10B), dimana C-10B-C sebagai rantai utama.



**Gambar II.8** (a) spektrum FTIR dari nanocompounds yang dihasilkan pada sampel, (b) spektrum dari *leached* yang dihasilkan

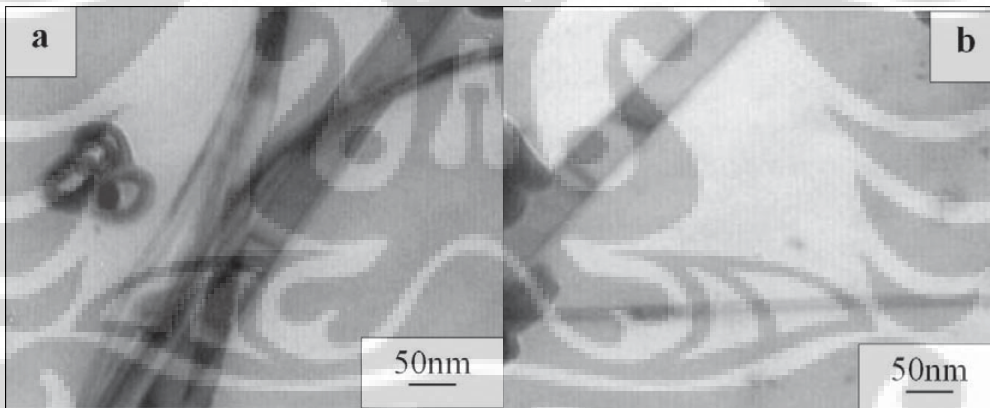


**Gambar II.9** hasil XRD pembentukan prekursor yang dipanaskan selama 8 jam dalam oven microwave dalam kondisi vacuum pada  $10^{-4}$  atm.



**Gambar II.10** citra SEM dari produk yang terbentuk.

SEM memperlihatkan struktur nano dari hasil akhir yang terbentuk. Sementara hasil TEM memperlihatkan bentuk inti dari struktur yang terbentuk adalah *nanofiber*, *nanobelt*, dan *nanopartikel*.

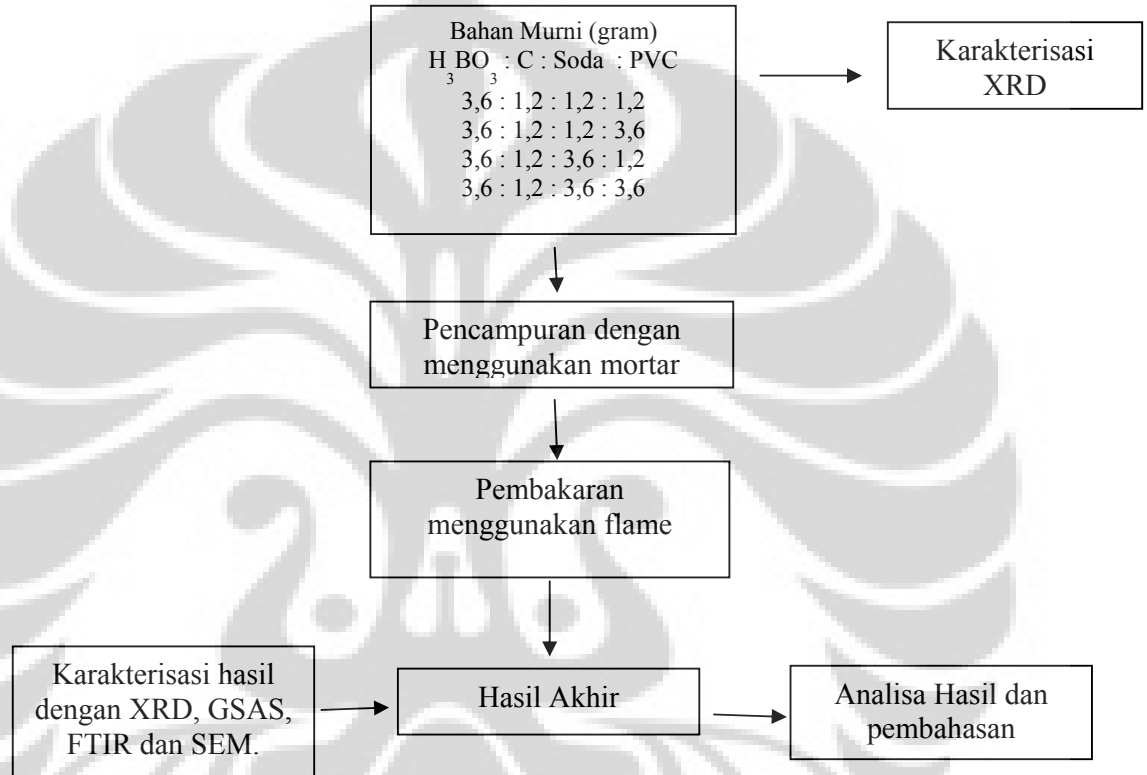


**Gambar II.11** TEM image of a CNT's, boron carbide nanofibers, and nanoparticles of magnesium diboride (400,000X).

# BAB III

## METODE PENELITIAN

### III.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar III.1. Diagram Alir Penelitian

### III.2 Karakterisasi Bahan dan Alat

Dalam penelitian ini digunakan pendekatan eksperimen dengan menggunakan bahan utama: Asam borat ( $H_3BO_3$ ), dan Karbon aktif (C) dengan bahan tambahan berupa PVC ( $C_6O_6H_{12}$ ), dan soda. karakterisasi dengan menggunakan alat

1. Alat-alat yang digunakan pada eksperimen:

- Proses penimbangan dilakukan dengan menggunakan neraca analitis tipe Bosch Sae 200.
- Pengadukan campuran dilakukan dengan menggunakan mortar porcelaine.
- Proses pembakaran dengan menggunakan flame burner dengan gas etilen.

2. Karakterisasi dengan menggunakan alat-alat:

- Analisa fasa dan struktur kristal dan pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan diffractometer sinar-X PHILLIPS PW 3710/40kv.
- Pola ikatan molekul yang terbentuk dikarakterisasi dengan menggunakan Fourier Transformation Infra Red tipe Ati Mattson 1001 Fourier Drive Madison, Wi 537171 USA.

### III.3 Proses Persiapan Sampel

#### III.3.1 Proses Pembentukan

Sebelum melakukan eksperimen maka dibuat rumus persamaan reaksi untuk menentukan formulasi utama dari reaksi yang akan dilakukan, yaitu:



Formulasi ini selanjutnya dijadikan acuan dalam menentukan perbandingan berat dari masing-masing bahan baku sampel yang akan digunakan.

Selanjutnya mol dari masing bahan baku tersebut dikonversi ke dalam berat (gram). Cara melakukan konversi dari mol ke gram yaitu masing-masing sampel ditentukan berat molekulnya.

- $\text{H}_3\text{BO}_3$  berat molekul = 61,811 gram/mol
- Karbon aktif berat molekul = 12 gram/mol

Kemudian komposisi dibuat berdasarkan Mol dan berat molekul yang diketahui adalah : gram = Mol X Berat Molekul. Untuk perbandingan awal  $H_3BO_3$

+ Karbon aktif = 7 : 4 Mol

Maka:

$H_3BO_3 \rightarrow$  Gram = berat molekul X Mol = 61,811 X 4 = 247,2 gram

C  $\rightarrow$  Gram = Berat Molekul X Mol = 12 X 7 = 84 gram

Jadi perbandingan dalam gram adalah :  $H_3BO_3$  : C = 247,2 : 84 gram  $\approx$  3:1

Selanjutnya dibuat susunan komposisi sebagai berikut:

**Tabel III.1**

Variasi komposisi bahan awal

No	Dalam Gram (gr)			
	$H_3BO_3$	C	Soda	PVC
A	3,6	1,2	1,2	1,2
B	3,6	1,2	1,2	3,6
C	3,6	1,2	3,6	1,2
D	3,6	1,2	3,6	3,6

Namun demikian perbandingan komposisi tersebut bukan berdasarkan perbandingan kesetimbangan persamaan reaksi dari reaksi kimia yang akan terjadi melainkan berdasarkan perbandingan kesetimbangan parsial dari persamaan reaksi kimia persamaan reaksi 10.

### III.3.2 Proses Pencampuran

Pencampuran dilakukan dengan menggunakan mortar dengan tahapan sebagai berikut :

- Masing-masing bahan dimasukkan ke dalam mortar.
- Lalu di gerus hingga tampak homogen.
- Setelah dilakukan pencampuran, bahan-bahan tersebut dicetak dengan menggunakan dice dengan pemberian tekanan sebesar 10 ton
- Kemudian sampel hasil cetakan tersebut dipanaskan dengan posisi berada di tengah-tengah plasma yang dihasilkan oleh nozzle flame selama 15 menit. Agar sampel berada di tengah-tengah plasma maka tatakan yang digunakan adalah cawan berbentuk cembung yang mampu bertahan pada suhu tinggi. Tujuannya adalah sebagai perisai dan pelindung sampel yang sedang dipanaskan tersebut dari kontak dengan udara bebas sehingga terbebas dari oksidasi.
- Hal ini dilakukan terhadap masing-masing variasi komposisi.

### **III.4 Karakterisasi**

#### **III.4.1 Analisa fasa dengan XRD dan GSAS**

Analisa fasa dilakukan dengan menggunakan alat XRD (X-Ray Diffractometer). Pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan diffractometer sinar-X (PHILLIPS PW 3710/40kV) dengan kondisi alat sebagai berikut:

- Sumber : CuK $\alpha$
- Panjang gelombang 1,5722Å
- Tegangan : 40 kV
- Arus : 30 mA
- Kecepatan cacah : 0,5/detik
- Jenis cacah : cacah kontiniu
- Sudut 2 $\theta$  : 15 $^{\circ}$  – 90 $^{\circ}$

Hasil difraktogram kemudian dianalisa dengan menggunakan paket program GSAS (General Structure Analysis System), untuk menentukan struktur kristal dari fasa-fasa yang mungkin terbentuk dalam sampel. Perangkat lunak GSAS ini dikembangkan oleh Allen C. Larson dan Robert B. Von Dreele dari Los Alamos National Laboratory, USA dan diinstal dalam sebuah PC Pentium 166 dengan RAM 64 MB.

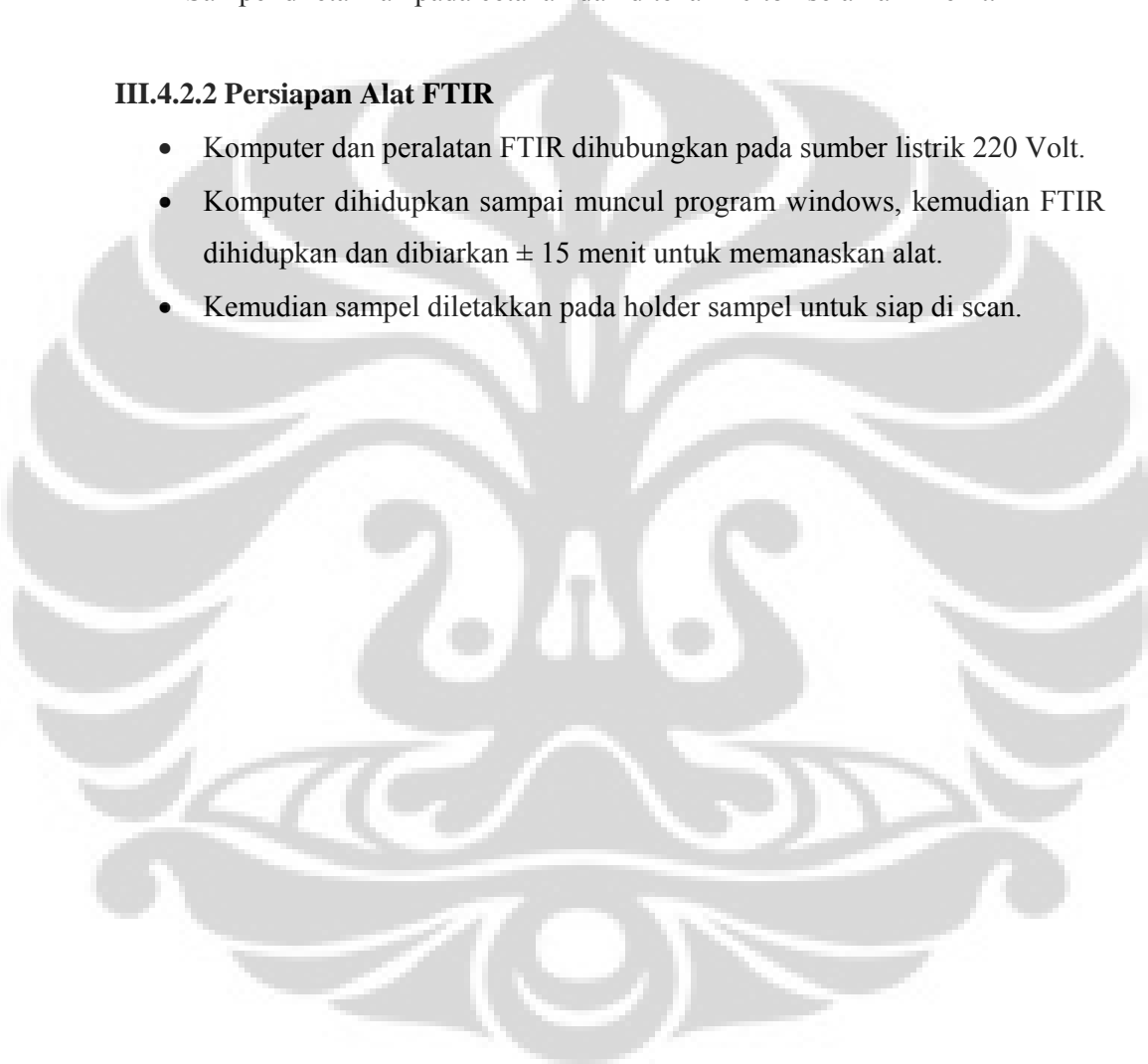
### **III.4.2. Analisa Dengan Fourier Transformation Infra Red (FTIR)**

#### **III.4.2.1 Persiapan Sampel Metode Pellet KBr**

- 200 mg KBr diletakkan ke dalam penggerus dan digerus sampai halus.
- Sampel sebanyak 3 mg dimasukkan lalu digerus hingga tampak homogen.
- Sampel diletakkan pada cetakan dan ditekan 10 ton selama 1 menit.

#### **III.4.2.2 Persiapan Alat FTIR**

- Komputer dan peralatan FTIR dihubungkan pada sumber listrik 220 Volt.
- Komputer dihidupkan sampai muncul program windows, kemudian FTIR dihidupkan dan dibiarkan  $\pm$  15 menit untuk memanaskan alat.
- Kemudian sampel diletakkan pada holder sampel untuk siap di scan.



# BAB IV

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### IV.1. HASIL EKSPERIMEN

#### IV.1.1. Analisa Fasa Dan Struktur Kristal

Setiap sampel dibentuk powder dengan cara digerus menggunakan mortar lalu serbuk sampel tersebut diletakkan pada kaca preparat dan kemudian diukur menggunakan XRD, lalu dianalisa dengan bantuan program GSAS untuk mengetahui struktur kristal dari fasa-fasa yang terbentuk.

Pengolahan ini menggunakan metode pencocokan antara hasil data yang didapat dengan database pada ICDD (PCPDFWIN). Yakni berdasarkan data jarak antar bidang ( $d$ ) dan nilai yang diperoleh dari XRD.

Dengan demikian didapatkan informasi mengenai struktur kristal, grup ruang (space group), parameter kisi, bidang kristal, posisi atom dan fraksi berat.

#### IV.1.2. Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Bahan Awal

$H_3BO_3$  murni mempunyai sistim kristal orthorombik, dengan grup ruang P-1, puncak-puncak difraksi dengan bidang orientasi (0 1 0), (0 1 1), (0 0 2), (1 1 2), parameter kisi  $a = 7,039$ ;  $b = 7,053$  dan  $c = 6,578$ .

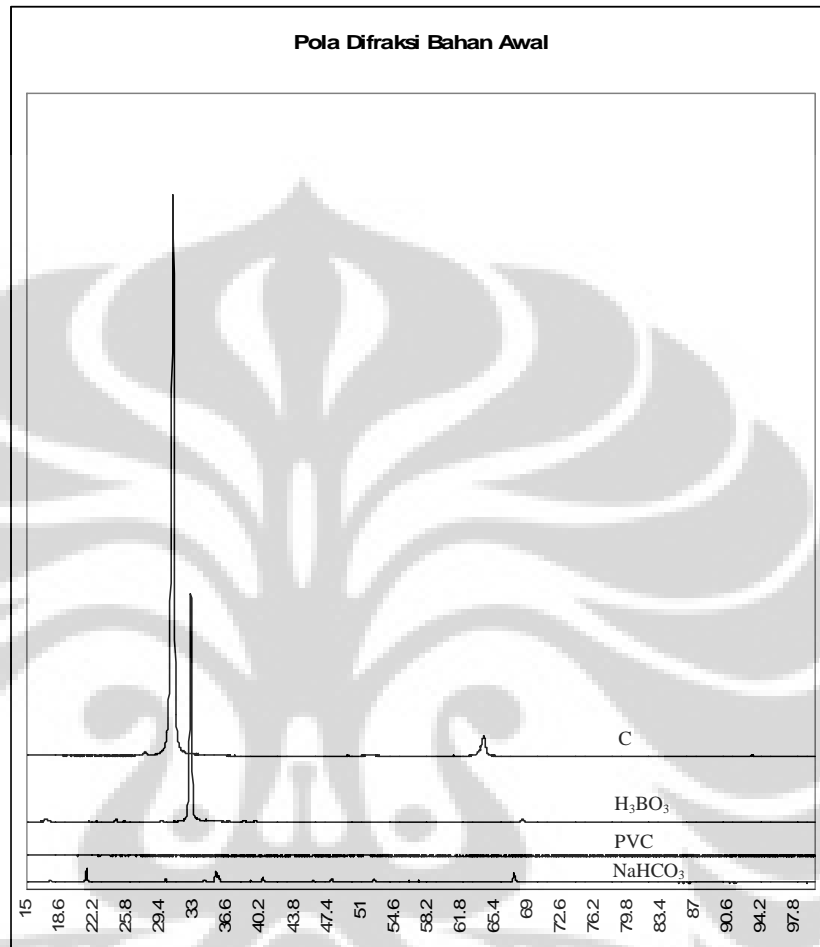
Karbon grafit murni mempunyai sistim kristal hexagonal, dengan grup ruang  $P 6_3/m m c$ , puncak-puncak difraksi dengan bidang orientasi hkl (2 1 0), (1 0 4), (1 2 1), parameter kisi  $a = b = 2,464$  ;  $c = 6,73$ .

$NaHCO_3$  mempunyai sistem kristal monoklinik, dengan grup ruang  $P 2_1/c$ , puncak-puncak difraksi dengan bidang orientasi hkl [101], [111], [100] dan parameter kisi  $a = 7.475$ ,  $b = 9.686$ ,  $c = 3.481$ .

PVC merupakan suatu polimer yang banyak diaplikasikan dalam berbagai peralatan maupun perlengkapan pendukung seperti pipa, peralatan rumah tangga, kursi dan lain-lain. PVC yang terdapat dipasaran telah mengandung *filler* yang bertujuan agar memiliki sifat fisis yang dapat disesuaikan dengan tujuan



penggunaan. Dalam pembuatan sampel ini, *filler* yang terdapat dalam bahan prekursor tersebut muncul sebagai pengotor.

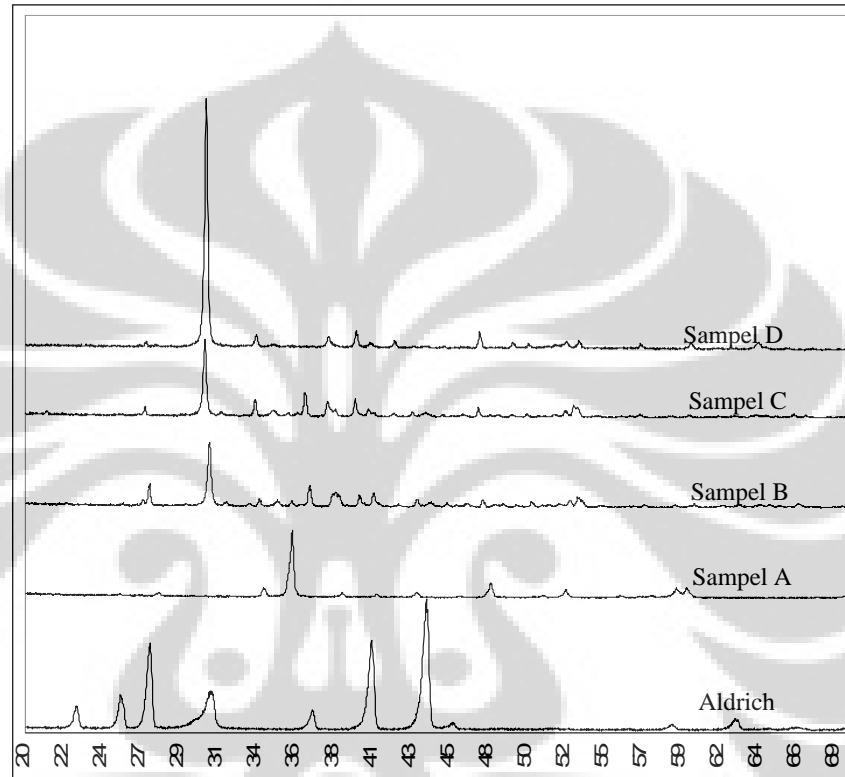


**Grafik IV.1** Hasil XRD bahan awal. Karbon dan  $H_3BO_3$  memiliki puncak utama dengan intensitas yang cukup tajam.  $NaHCO_3$  memiliki puncak-puncak dengan intensitas yang hampir sama di beberapa sudut. Sementara PVC tampak sebagai gugus non kristalin.

Dari grafik hasil XRD terlihat karbon memiliki puncak utama yang cukup tinggi. Pada  $H_3BO_3$  juga terdapat puncak utama dengan intensitas yang cukup tinggi. Untuk  $NaHCO_3$  intensitas yang dimiliki oleh puncak-puncaknya hampir sama dan tidak setinggi karbon dan asam borat. Hal ini dipengaruhi oleh kristalisasi dari bahan itu sendiri. Sementara PVC tidak memperlihatkan bahwa bahan tersebut merupakan kristalin.

### IV.1.3. Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Hasil Reaksi

Pada grafik IV.1.3.a. Hasil difraksi sampel A, B, C, dan D dibandingkan dengan hasil difraksi Aldrich. Tampak evolusi kristalisasi yang terbentuk pada sampel dipengaruhi oleh kadar PVC dan soda. Namun demikian tampak pada



**Grafik IV.2** Grafik XRD sampel hasil. Evolusi pembentukan boron karbida dari sampel A, B, C, dan D. sebagai pembanding adalah boron karbida buatan Aldrich-Jerman.

komposisi tertentu terjadi pertumbuhan kristal  $B_4C$  yang cukup baik.

Pada sampel B terlihat puncak-puncak milik  $B_4C$  muncul di sudut 27.54 pada bidang (0 1 2), di sudut 37.285 pada bidang (1 1 0), di sudut 41.16 pada bidang (1 0 4), lalu pada sudut 44.595 pada bidang (0 2 1), lalu di sudut 62.275 pada bidang (2 0 5), dan di sudut 66.365 pada bidang (1 0 7).

Namun demikian bila dilihat dari intensitas masih rendah. Hal ini diperkirakan karena  $B_4C$  yang terbentuk belum banyak.

Dari tabel puncak dominan yang memiliki intensitas yang cukup tinggi. Puncak tersebut berasal dari kristal NaCl yang terbentuk pada saat pemanasan terjadi. Dimana ion Na berikatan dengan ion klor yang lepas dari rantai PVC.

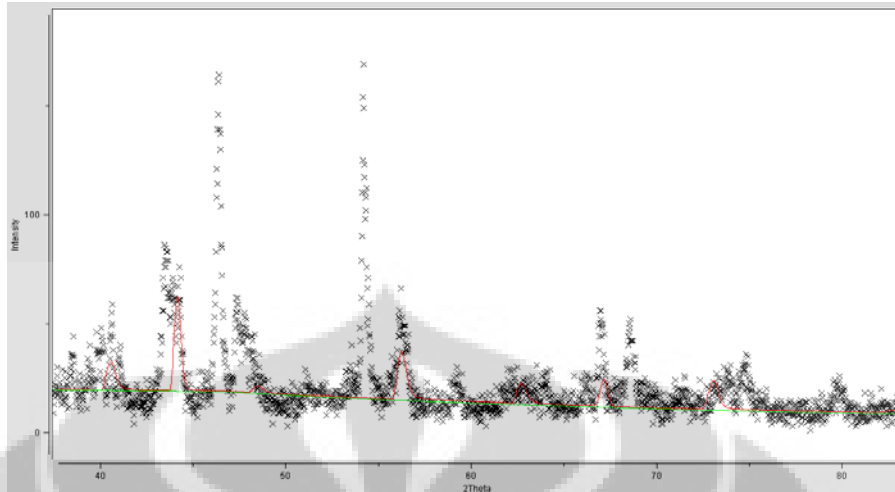
Selain itu tampak pula karbon grafit yang merupakan hasil sisa dari proses pemanasan.

Tabel IV. 1.1  
Hasil XRD sampel B

Peaks/	h k l	Peaks/	h k l	Peaks/	h k l	Peaks/	h k l
22.4600	2 1 0 1	42.6400	3	53.8150	10	71.2350	2
25.9250	2	43.6950	9	54.9050	2 1 1 0	73.8550	2
27.1400	8	43.8200	11	56.9850	2	79.0050	2 4 0 0
27.5400	3 7 0 1 2	44.5950	7 0 2 1	57.5600	4	80.5200	1
29.7250	3	45.5600	5	59.3900	3	82.2450	0
31.2000	1 0 0 1 1 1	46.1600	2	60.5900	6	84.0650	1
32.1850	7	46.7750	5	62.2750	3 2 0 5	90.6450	3 4 0 2
33.5800	4	47.7550	11	63.3550	4 3 1 1	93.5150	1 1 1 0
34.1900	12	48.4950	4	64.5650	4 2 2 2	99.5650	2
35.3100	9	48.9950	5	65.1650	4	99.8400	3
36.1400	8	49.7650	3	65.7000	3		
37.2850	3 4 1 1 0	50.6950	7 0 1 0	66.3650	1 1 0 7	NaCl =	
38.6150	20	51.7550	3	66.8500	6 1 1 2	B4C =	
39.0650	17	52.3950	4	67.6600	2	C, grafit =	
40.2750	16	53.0800	11	69.6300	2		
41.1600	2 2 1 0 4	53.5100	1 6 2 2 0	70.7400	2		

Untuk puncak-puncak lain yang belum teridentifikasi diperkirakan berasal dari pengotor-pengotor yang terdapat dalam masing-masing bahan awal.

Pada **Grafik IV.3** terlihat ada penumpukan puncak-puncak difraksi. Hal ini disebabkan oleh pengotor-pengotor yang terdapat dalam sampel membentuk fasa kristalin. Pengotor bersumber campuran atau tambahan *filler* yang terdapat dalam bahan bakunya, seperti PVC, soda teknis, dan asam borat teknis.

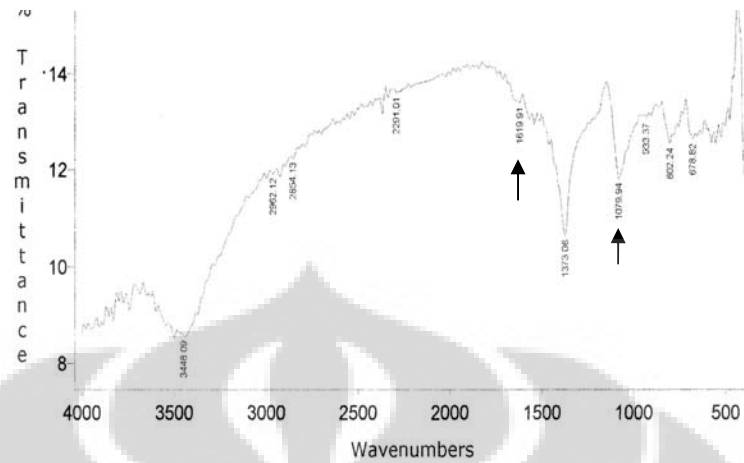


**Grafik IV. 3** Hasil GSAS untuk menyamakan kurva B<sub>4</sub>C literatur dengan sampel B. Garis merah menunjukkan posisi puncak-puncak B<sub>4</sub>C yang terbentuk pada sampel.

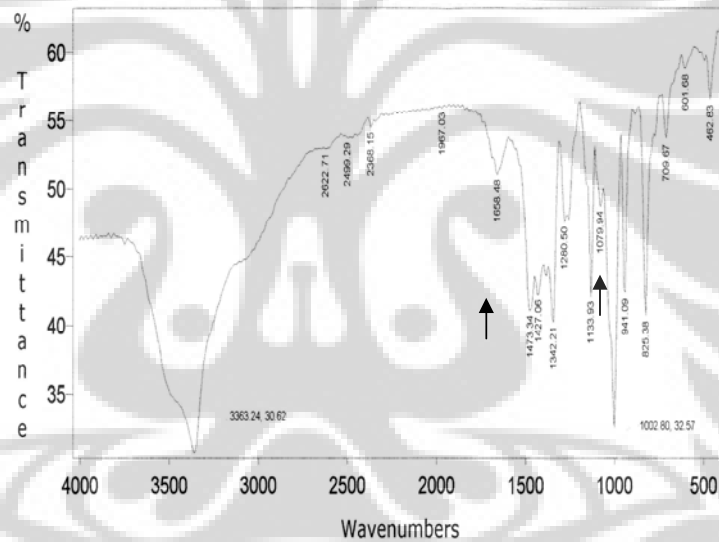
Dengan membandingkan antara hasil XRD dan database yang ada diindikasikan bahwa struktur B<sub>4</sub>C yang terbentuk memiliki sistem kristal adalah trigonal / rombohedral, dengan *spacegroup* R -3 m H, dengan parameter kisi a=5.62, b=5.62, dan c=12.14.

#### **IV.1.4. Pola Ikatan Molekul Hasil Fourier Transformation Infra Red**

Untuk memperkuat bukti adanya B<sub>4</sub>C maka perlu dilakukan pengujian dengan menggunakan spektroskopi FTIR yang bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan B-C dalam sampel tersebut yang menjadi indikator adanya B<sub>4</sub>C yang terdapat dalam sampel yang telah dibuat. Sebagai pembandingan maka dilakukan pengujian FTIR terhadap B<sub>4</sub>C Aldrich.



**Grafik IV.4** memperlihatkan hasil FTIR dari B<sub>4</sub>C produksi Aldrich.



**Grafik IV.5** memperlihatkan hasil FTIR untuk sampel B.

Pada hasil FTIR B<sub>4</sub>C buatan Aldrich muncul puncak gelombang pada interval  $1079.94\text{ cm}^{-1}$  dan  $1619.91\text{ cm}^{-1}$  yang berhubungan dengan keberadaan ikatan B-C dari gugus B<sub>4</sub>C (**grafik IV.4**).

Pada sampel yang dihasilkan juga nampak puncak gelombang pada interval  $1079.94\text{ cm}^{-1}$  dan  $1658.48\text{ cm}^{-1}$  yang berhubungan dengan adanya vibrasi B-C dari boron karbida. hal ini menandakan bahwa dalam sampel yang dibuat terdapat boron karbida yang ikatannya menyerupai boron karbida buatan aldrich.

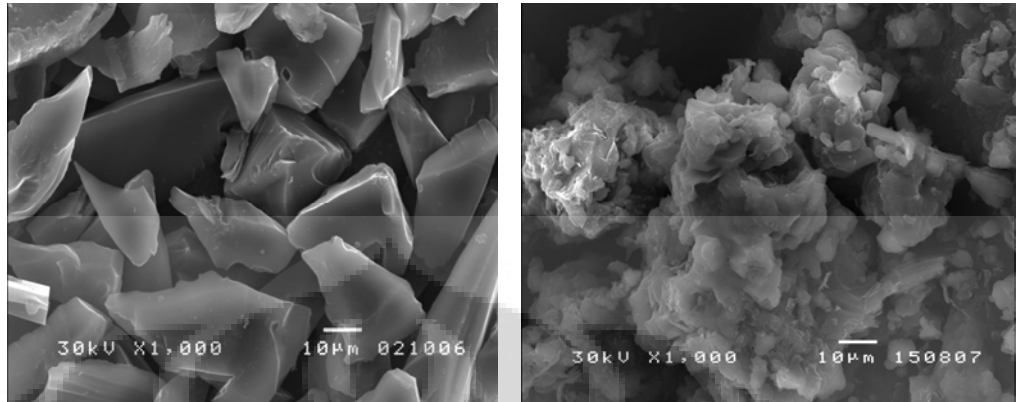
Pada interval puncak gelombang  $825.38\text{ cm}^{-1}$  dan  $1342.21\text{ cm}^{-1}$  tampak adanya vibrasi yang berhubungan dengan vibrasi dari magnesium diborat. Pada interval puncak gelombang  $709.67\text{ cm}^{-1}$  dan  $601.68\text{ cm}^{-1}$  tampak vibrasi yang berhubungan dengan keberadaan ikatan boron-oksigen-hidrogen dan boron-hidrogen. Dan pada interval puncak gelombang  $1280.50\text{ cm}^{-1}$  terlihat ikatan yang berhubungan dengan keberadaan vibrasi asimetrik dari oksigen yang berikatan dengan atom trigonal boron yang terdapat dalam struktur tetraborat.

Dari **grafik IV.5** terlihat adanya ikatan B-C pada bilangan gelombang  $1079.94$  seperti yang tampak pada  $B_4C$  keluaran Aldrich Namun dari hasil FTIR juga tampak ikatan-ikatan lain yang merepresentasikan keberadaan pengotor dalam sampel.

#### **IV.1.5. Hasil SEM**

Pengambilan gambar SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk mikro dari sampel yang terbentuk lalu dibandingkan dengan  $B_4C$  komersial buatan Aldrich.

Dari **gambar IV.1** tampak sekali perbedaan ukuran butir antara sampel b dengan  $B_4C$  Aldrich. Butir sampel B memiliki ukuran jauh lebih kecil dari butir  $B_4C$  Aldrich, **gambar IV.1.A**. Tetapi pada sampel B juga terdapat senyawa lain yang membentuk fasa kristalin. Namun demikian apabila pada sampel B memang terdapat kristalin  $B_4C$  seperti pada **gambar IV.1.B** yang diberi tanda lingkaran maka dalam penelitian ini kami telah dapat membuat  $B_4C$  dalam ukuran butir yang lebih kecil dari ukuran butir  $B_4C$  Aldrich.



**Gambar IV.1** A) Hasil foto SEM  $B_4C$  Aldrich. B) hasil foto SEM  $B_4C$  sampel. Lingkaran pada gambar menunjukkan bentuk kristalin rombohedral yang terbentuk dalam sampel.

## IV.2. Pembahasan

### 1. Pencampuran

Dalam pencampuran, keberadaan PVC sangat mempengaruhi terjadinya pembentukan kristal  $B_4C$  dalam sampel. Dalam hal ini, kloride yang terdapat dalam rantai polimer berfungsi mengikat ion-ion natrium berasal dari ikatan rantai soda. Dengan berikatannya Natrium dan klor, memberi peluang untuk ion B menempel pada karbon dan membentuk ikatan  $B_4C$ . selain itu ion C bebas yang terbentuk akibat pemanasan mengikat  $O_2$  bebas yang berada di sekitar sampel yang dipanaskan dan membentuk  $CO_2$  dan  $H_2O$ .

### 2. Pembentukan $B_4C$

Pembentukan  $B_4C$  pada sampel ditandai dengan pemunculan pola puncak-puncak gelombang FTIR yang mengindikasikan adanya ikatan B-C pada beberapa interval. Lalu pada pengujian XRD juga ditemukan pola difraksi  $B_4C$  pada beberapa puncak sudut. Namun bila diamati dari intensitas puncak-tersebut diperkirakan jumlah yang terbentuk belum banyak.

### 3. Komposisi

Hasil reaksi dari masing-masing komposisi menghasilkan  $B_4C$ . Perbedaan komposisi yang digunakan pada pembuatan sampel mempengaruhi jumlah  $B_4C$

yang terbentuk. Hal ini berhubungan dengan intensitas dari puncak-puncak yang muncul pada pola difraksinya. Hal ini juga berlaku pada munculnya pengotor. Pengotor ini berupa sisa prekursor yang tidak bereaksi maupun pengotor yang menjadi *filler* prekursor itu sendiri.





# BAB V

## KESIMPULAN DAN SARAN

### V.1 KESIMPULAN

1. Pembuatan B<sub>4</sub>C melalui sintesa dari asam borat, karbon aktif, PVC, dan Soda telah berhasil dilakukan. Namun demikian penelitian ini perlu dilanjutkan dan dikembangkan untuk mengetahui sisi ekonomisnya dan pencapaian hasil produk akhir B<sub>4</sub>C yang lebih maksimal.
2. Penggunaan PVC dan Soda dalam pembuatan sampel adalah sebagai prekursor yang membantu pembentukan ikatan B<sub>4</sub>C. Hal ini dapat diketahui dari variasi komposisi yang dilakukan terhadap kedua prekursor tersebut ternyata mempengaruhi produk akhir yang dihasilkan.
3. PVC dan soda yang kami gunakan adalah bahan baku yang murah dan mudah ditemui dipasaran. Maka dengan menggunakan PVC dan soda dalam penelitian ini diharapkan biaya pembuatan B<sub>4</sub>C dapat ditekan menjadi lebih ekonomis.
4. Struktur B<sub>4</sub>C yang terbentuk memiliki sistem kristal adalah trigonal / rombohedral, dengan *spacegroup* R -3 m H, dengan parameter kisi a=5.62, b=5.62, dan c=12.14. hal ini dilakukan dengan mencocokkan antara data yang didapat dengan database ICDD.
5. hasil sintesa B<sub>4</sub>C dengan PVC dan soda menghasilkan hasil sampingan yang dominan berupa NaCl, dan Karbon.

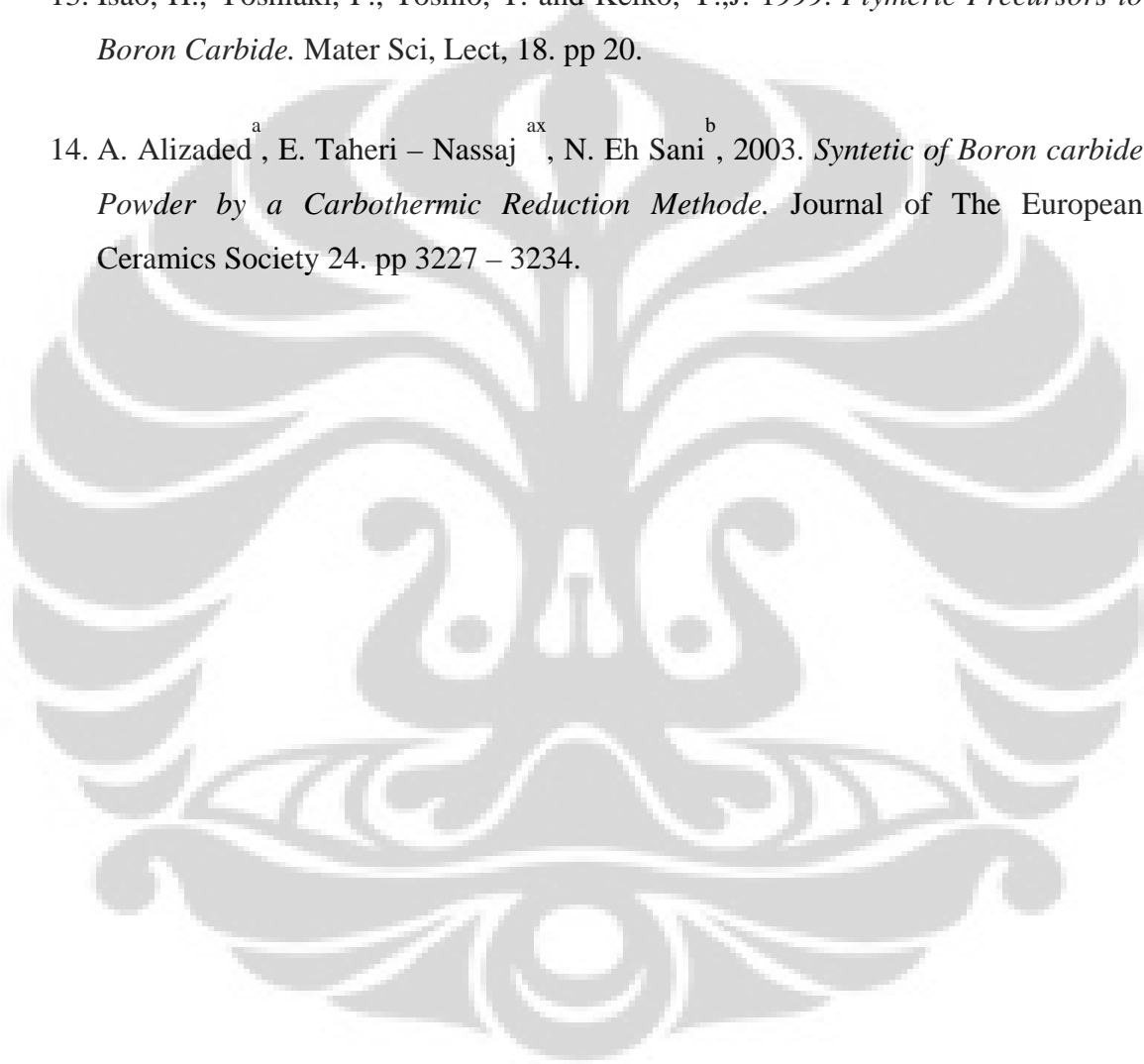
### V.2 SARAN

Penelitian ini perlu dilanjutkan untuk proses mendapatkan B<sub>4</sub>C yang lebih optimal, serta teknik pemisahan pengotor dari produk hasil. Selain itu perlu pula dikembangkan teknik pembuatan boron karbida pada temperatur rendah ini.

## DAFTAR ACUAN

1. Musfira Toana, Bambang Soegijono, Hamdan A.N. (2008). *Synthesis of boron carbide at low-temperature*. Paper presented at the 2nd USM Penang International Postgraduate Convention, Penang, Malaysia.
2. Musfira Toana. *Tesis: Sintesa Boron Karbida dari Asam Borat-Karbon Aktif dan Asam Borat – Glukosa*. Jakarta: Univ. Indonesia, 2006.
3. T K. Roy.C.Subramanian\*,A.K.Suri (2005). *Pressureless Sintering of Boron Carbide*, *Ceramics International*.XXX.
4. Manuel G. Rodríguez<sup>1</sup>, Oxana V. Kharissova<sup>2</sup> and U. Ortiz-Méndez, 2004. *Formation of boron carbide nanofibers and nanobelts from heated by microwave*. *Rev.Adv.Mater.Sci.* 7. pp 55-60
5. [http://www.reader.com/product/carbides/boron\\_carbide.html](http://www.reader.com/product/carbides/boron_carbide.html)
6. G.I.Kalandadze, S.O. Sha Lamberidze, and A.B. Peikrishvili, 2000, *Sintering of Boron Carbide*. *Journal of Solid State Chemistry* 154, 194 – 198.
7. Martin Steinbruck 2004, *Oxidation of Boron Carbide at High Temperatures*. *Journal of Nuclear Materials* 336. 185 –193.
8. Liang Shi<sup>ab</sup>, Yun le Gu<sup>a</sup>, Luyang Chen<sup>a</sup>, Yitai Qian<sup>ax</sup>, Zeheng Yang<sup>a</sup>, Jianhua Ma<sup>a</sup>, 2003. *A Low Temperature Syntetics of Crystalline B4C Ultrafine Powders*. *Solid State Communication* 128, 5 – 7
9. Shampa Mondal<sup>x</sup>, Ajit K Bathia. 2004. *Low temperature Syntetic Route for Boron Carbide*. *Journal of the European Ceramics Society* 25, 287-291.
10. Fransesco Mauri<sup>1</sup>, Nathalie Vast<sup>2</sup>, and Chrisj, Pickard<sup>3</sup>, 2001, *Atomic Structure of Icosahedral B4C Boron Carbide From a first Principle Analysis of NMR Spectra*. *Physical Review Letters* Volume 87, Number 8.

11. [http://www.reader.com/product/carbides/boron\\_oxide.html](http://www.reader.com/product/carbides/boron_oxide.html)
12. Larry G. Sneddon, Mario G.L mirabelli, Anne T Lynch, Paul J Fazen, Kai Su, and Jeffreys Beck, 1991. *Polymeric Precursors to Boron Based Ceramics*. Pure&Appl Chem. Vol 63, No 3, PP 407 – 410.
13. Isao, H., Yoshiaki, F., Toshio, T. and Keiko, Y.,J. 1999. *Plymeric Precursors to Boron Carbide*. Mater Sci, Lect, 18. pp 20.
14. A. Alizaded<sup>a</sup>, E. Taheri – Nassaj<sup>ax</sup>, N. Eh Sani<sup>b</sup>, 2003. *Syntetic of Boron carbide Powder by a Carbothermic Reduction Methode*. Journal of The European Ceramics Society 24. pp 3227 – 3234.



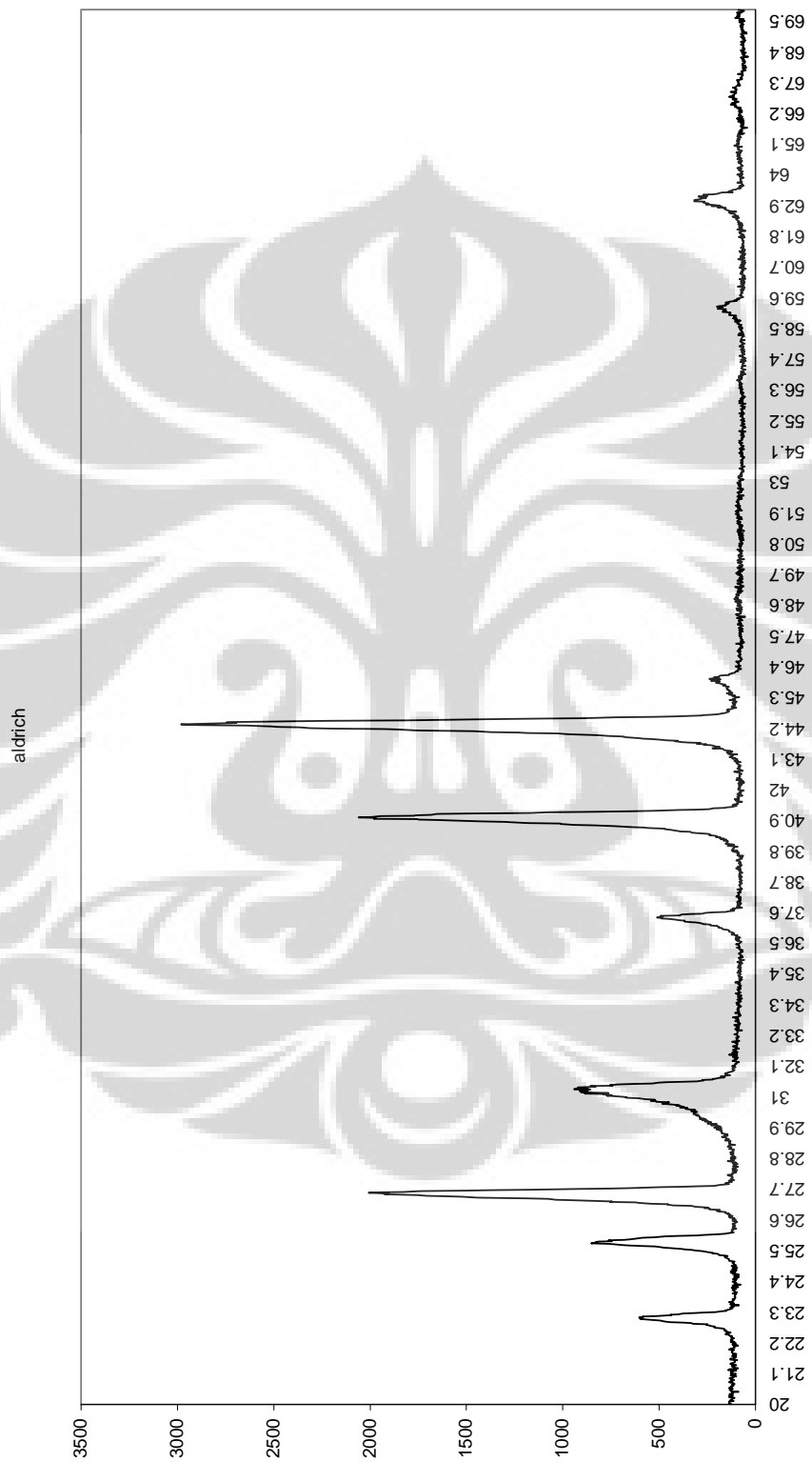
Lampiran 1

Tabel puncak-puncak sudut 2θ identitas masing-masing sampel

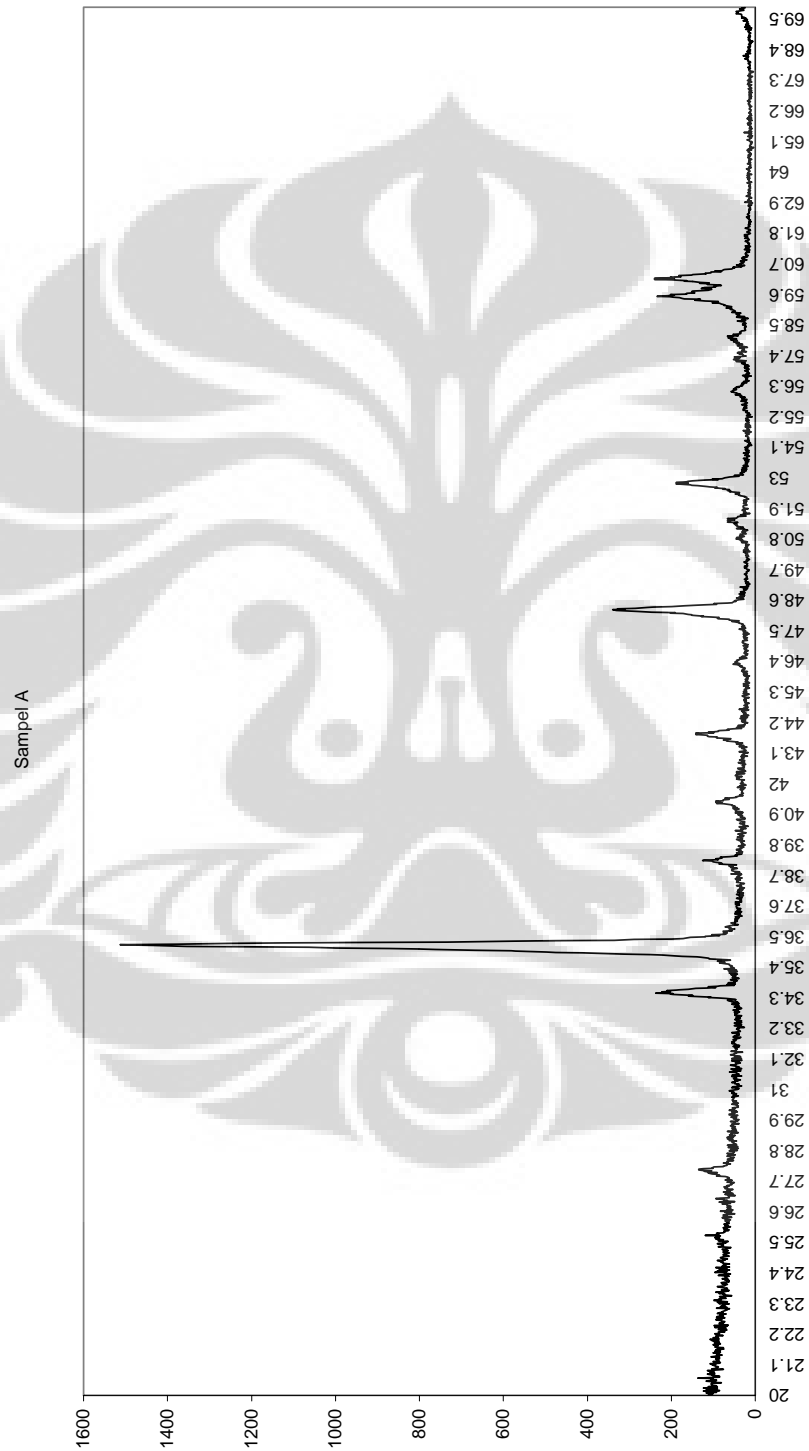
sampel A		sampel B		Sampel C		sampel D	
2 theta/ peak		2theta/peak	h k l	2 theta/peak	h k l	2 theta/ peak	h k l
25.7600	2	0 0 3		21.2900	4		
28.1150	5			25.6250	1	0 0 3	
34.5050	12			27.2600	12	0 1 2	
36.1850	100	2 0 0		30.8850	100	0 0 2	
39.2300	6			31.8550	4	1 1 1	
41.3600	5	0 0 2		33.9050	20		
42.2350	1			35.1050	7		
43.7650	8	3 1 1		35.9450	3		
46.3600	2	2 0 2		36.4950	5		
48.2050	20	3 2 1		36.9450	31	2 0 0	
50.8050	2			38.3000	17		
51.4750	3	3 3 0		38.8300	9		
52.8550	10	0 0 6		40.0000	24		
56.1400	2	0 2 4		40.8000	9	1 0 4	
57.2800	2	3 1 2		41.1400	4		
58.0650	3	2 1 1		42.3400	4		
59.5350	13		Peaks/ h k l	43.4650	6		
60.1400	12			44.2850	5	0 2 1	
68.1350	1			43.6950	9		
				45.2950	3		
				45.9150	1	1 1 3	
B6.5C	78-1574			44.5950	7	0 2 1	
NaCl	05-0628			46.5550	3	2 0 2	
B25C	25-0096			45.5600	5	1 1 3	
B4C	75-0424			47.4950	11		
				46.1600	2		
				48.2000	2		
				48.6850	3	0 1 5	
				47.7550	11		
				49.4750	3	1 0 0	
				48.4950	4		
				50.4300	3		
				48.9950	5		
				52.0700	3	1 0 1	
				49.7650	3		
				52.7350	9		
				50.6950	7	0 1 0	
				51.7550	3		
				53.2500	15	2 2 0	
				52.3950	4		
				53.5450	12		
				54.7100	2		
				53.0800	11		
				56.0700	1		
				53.5100	16	2 2 0	
				56.6500	2	0 2 4	
				53.8150	10		
				57.2650	4		B4C 75-0424
				54.9050	2	1 1 0	
				59.0850	2	1 0 2	C 75-1621
				56.9850	2	0 2 4	B8C 26-0232
				60.2850	3		
				57.5600	4		
				62.0750	2		
				59.3900	3	2 1 1	
				63.0350	2	0 0 4	
				60.5900	6		
				64.3650	3		
				62.2750	3	2 0 5	
				65.0900	2		
				63.3550	4	3 1 1	
				65.5950	1		
				64.5650	4	2 2 2	
				66.6100	3	2 2 2	
				65.1650	4		
				67.3550	3		
				65.7000	3		
				69.3800	1	2 1 4	
				66.3650	1		
				66.8500	6	1 1 2	
				67.6600	2		B4C 75-0424
				69.6300	2	2 1 4	grafit 75-1621
				70.7400	2		NaCl 05-0628
				71.2350	2		
				73.8550	2		
				79.0050	2	4 0 0	
				80.5200	1		
				82.2450	0		
				84.0650	1		
				90.6450	3	4 2 0	
				93.5150	1	1 1 0	
				99.5650	2		
				99.8400	3		

NaCl = 72-1668  
 B4C = 35-0798  
 C, grafit = 75-2078

Lampiran 2  
Pola difraksi B<sub>4</sub>C Aldrich

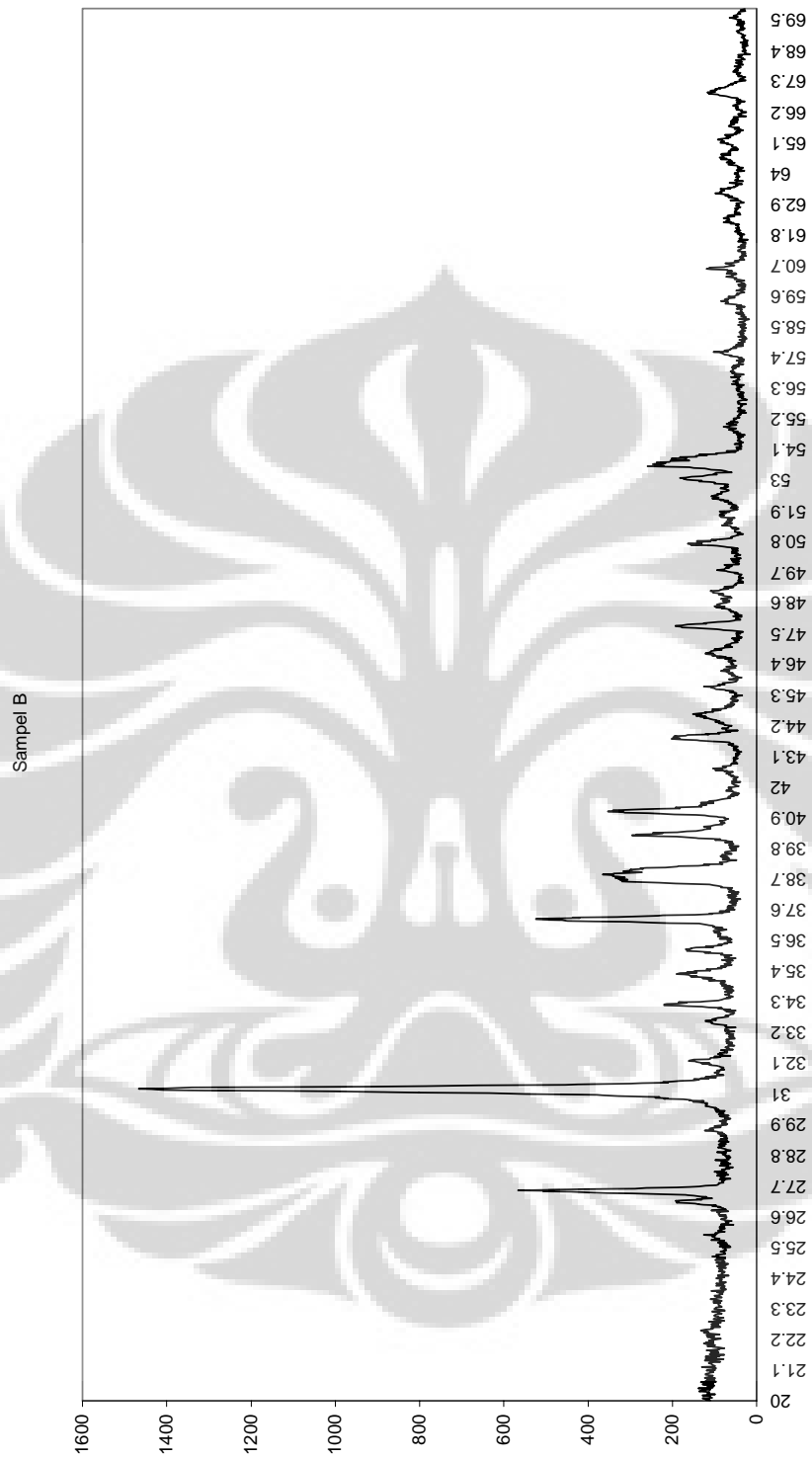


**Lampiran 3**  
**Pola difraksi sampel A**



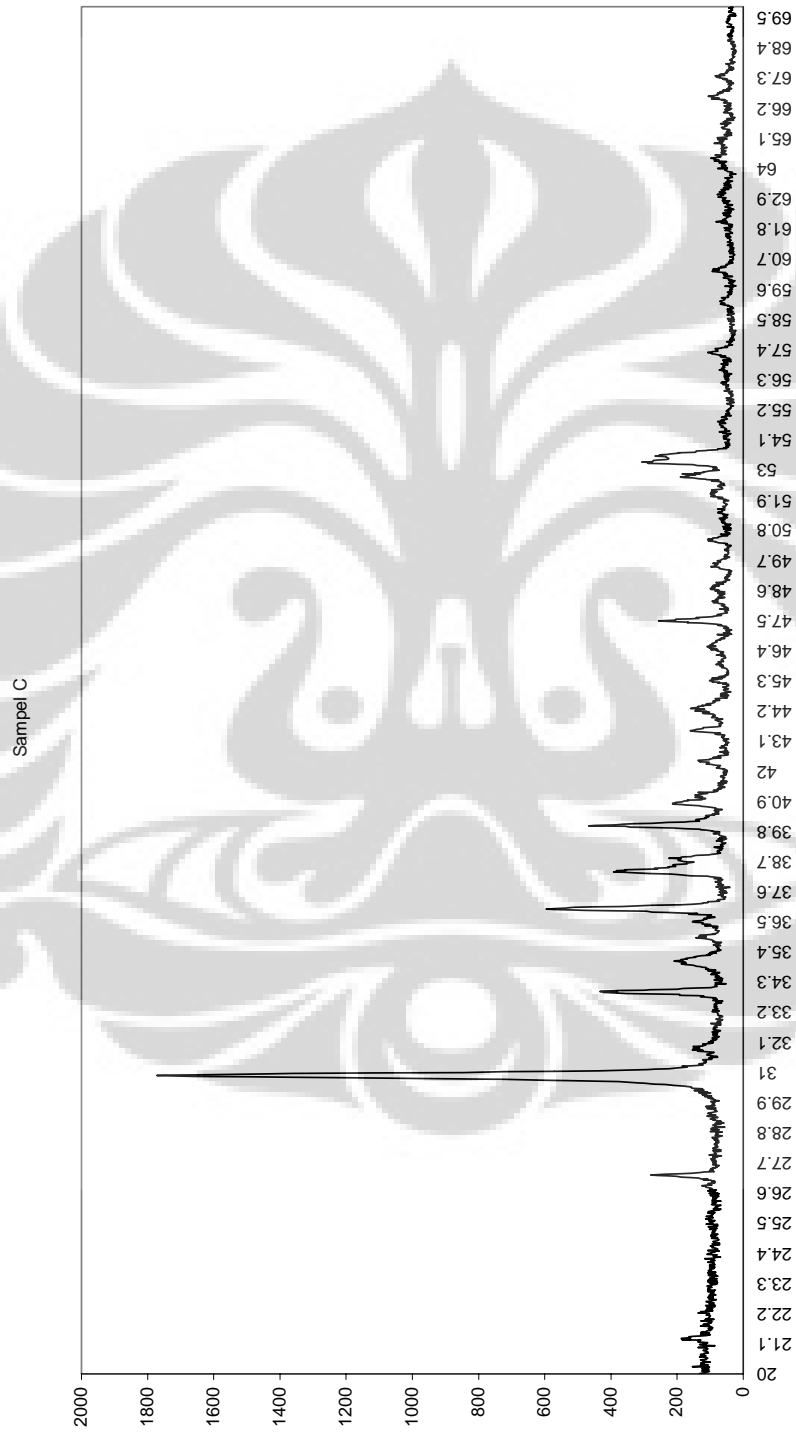
**Lampiran 4**  
**Pola difraksi sampel B**



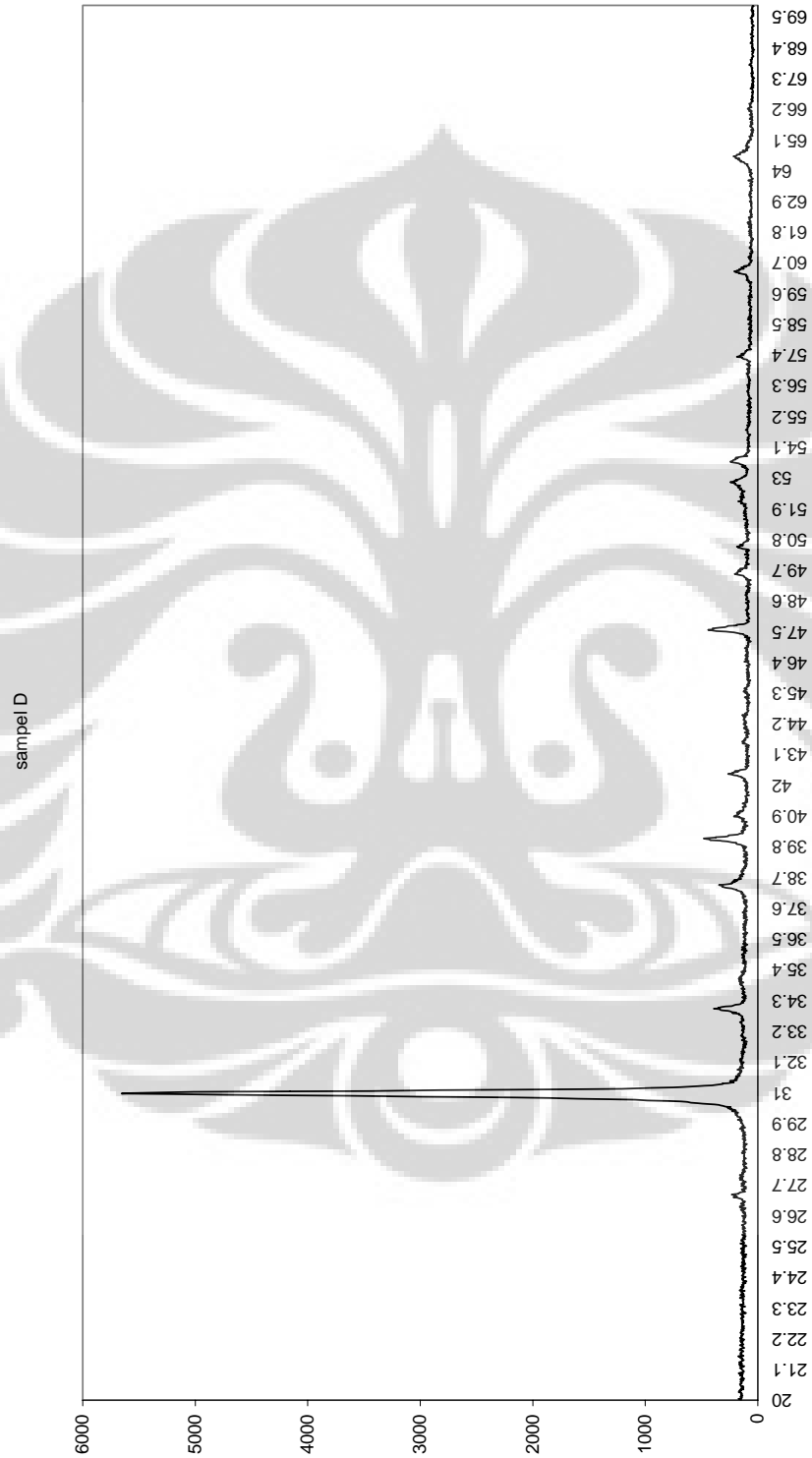




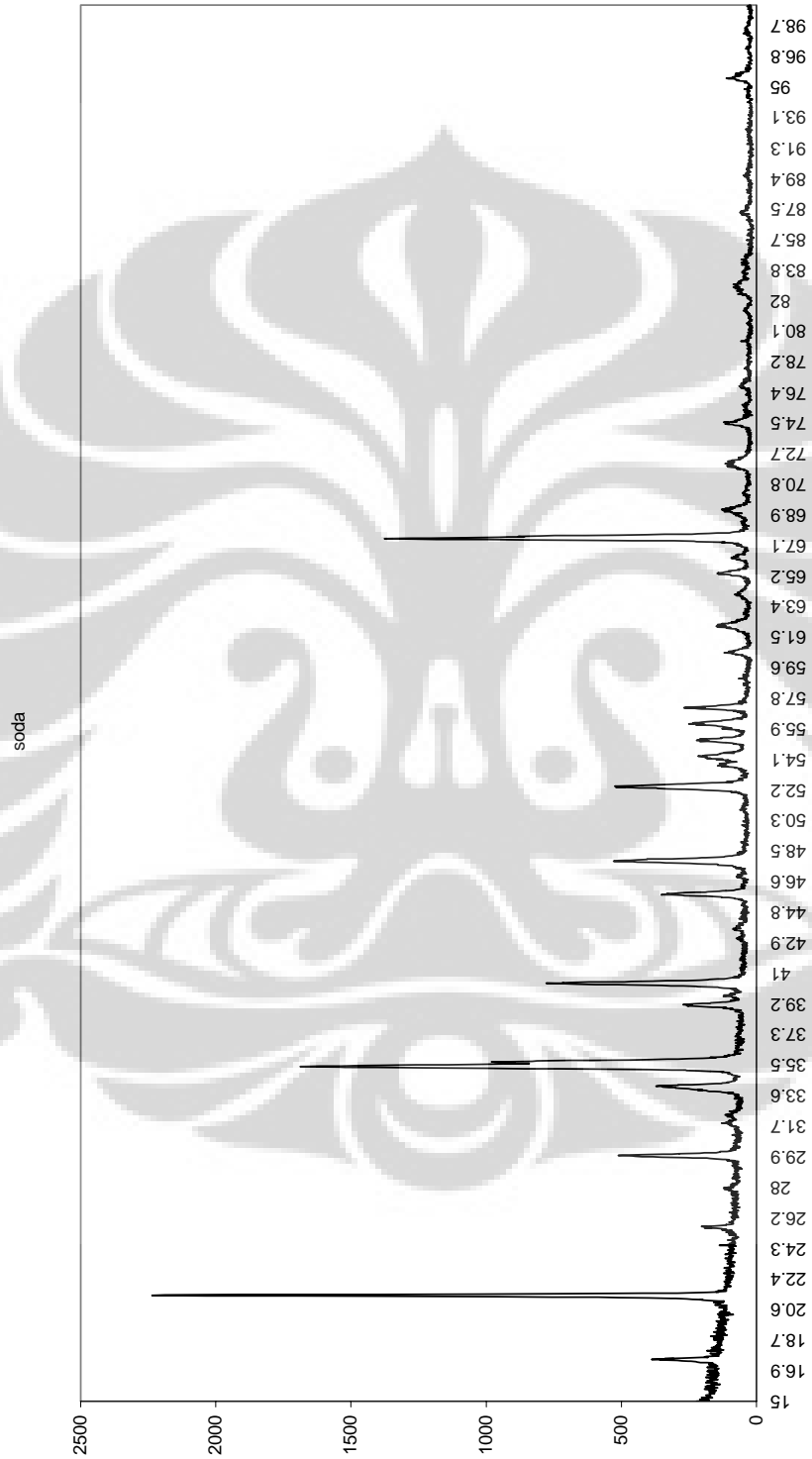
**Lampiran 5**  
**Pola difraksi sampel C**



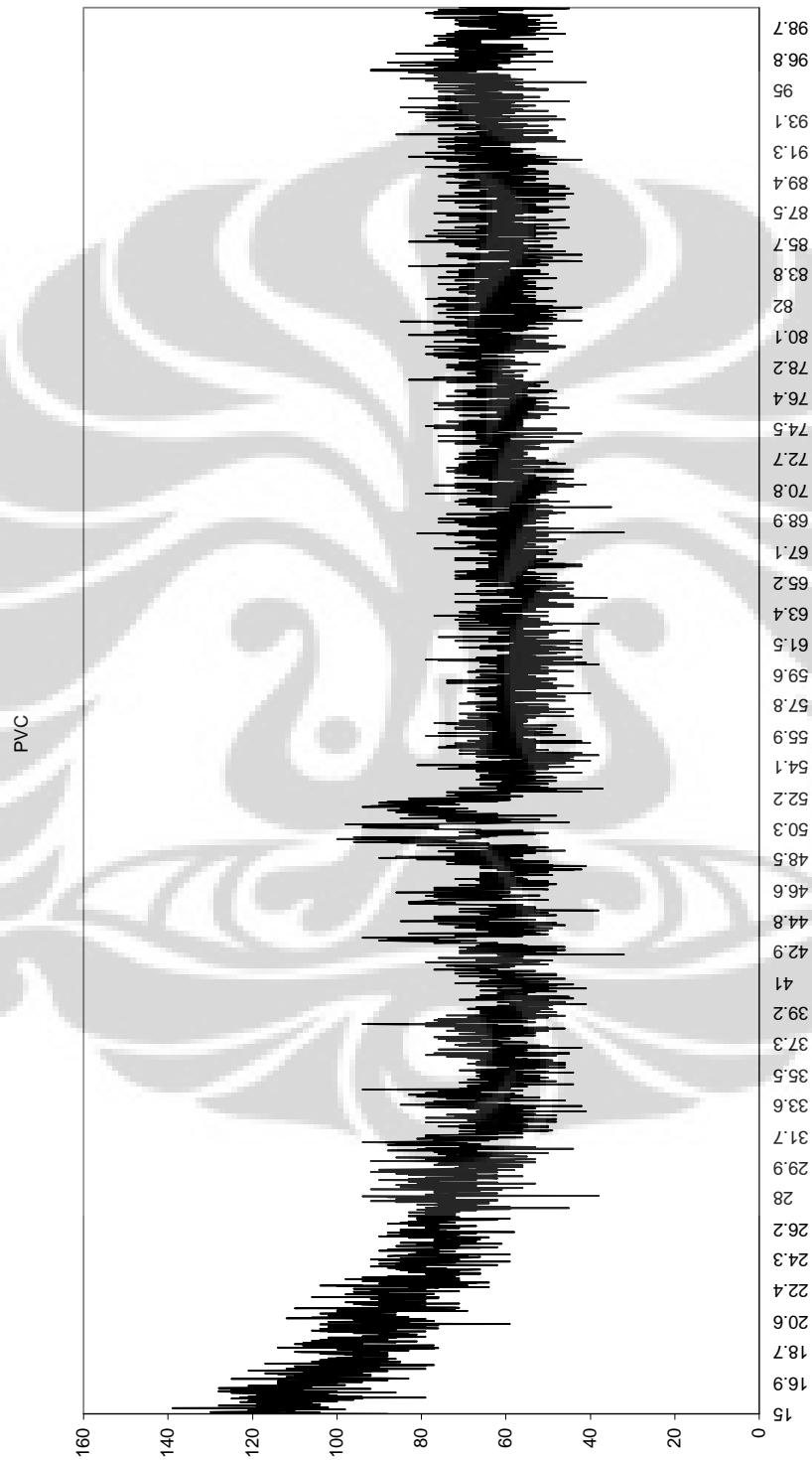
**Lampiran 6**  
**Pola difraksi sampel D**



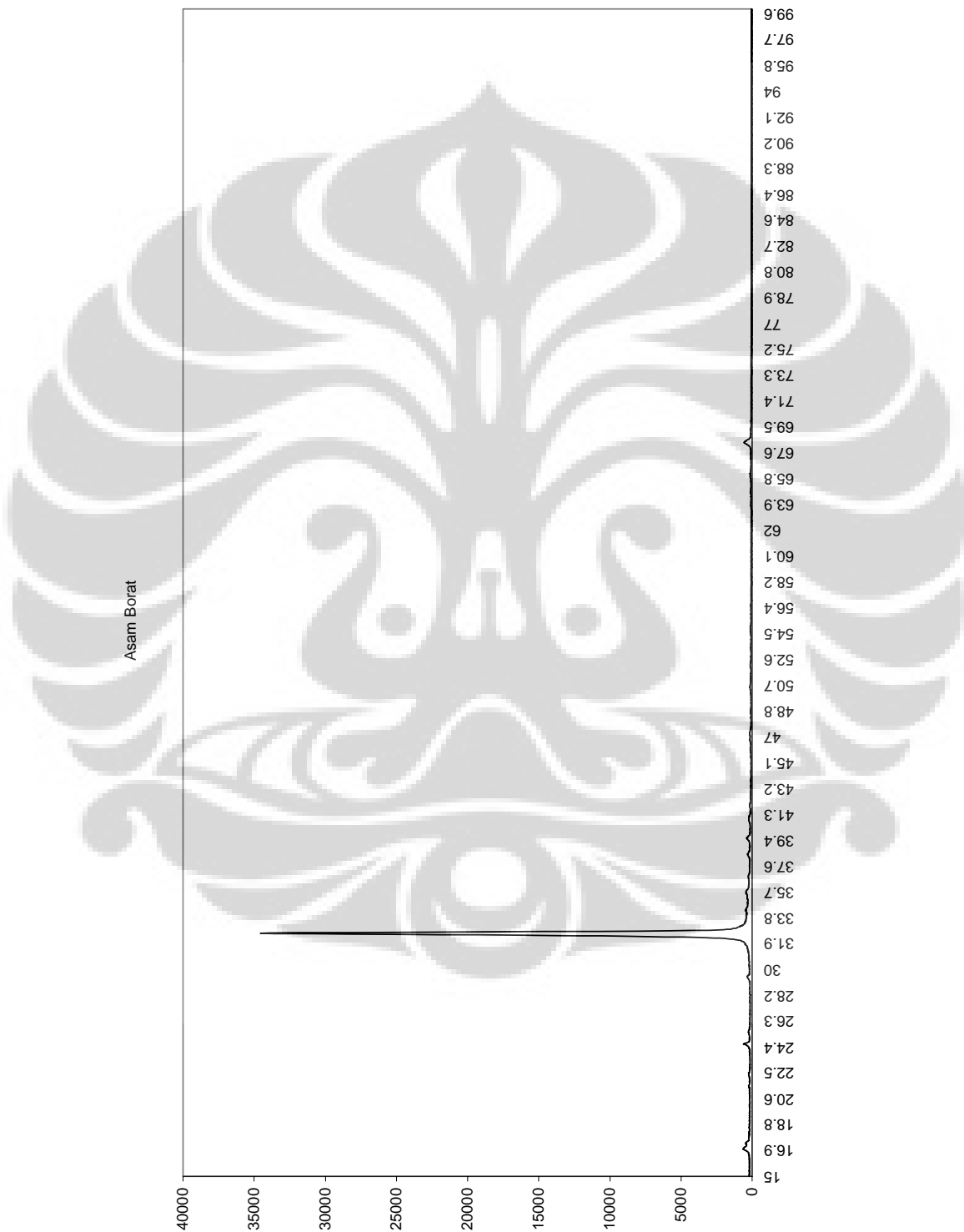
**Lampiran 7**  
**Pola difraksi bahan awal:: Soda**



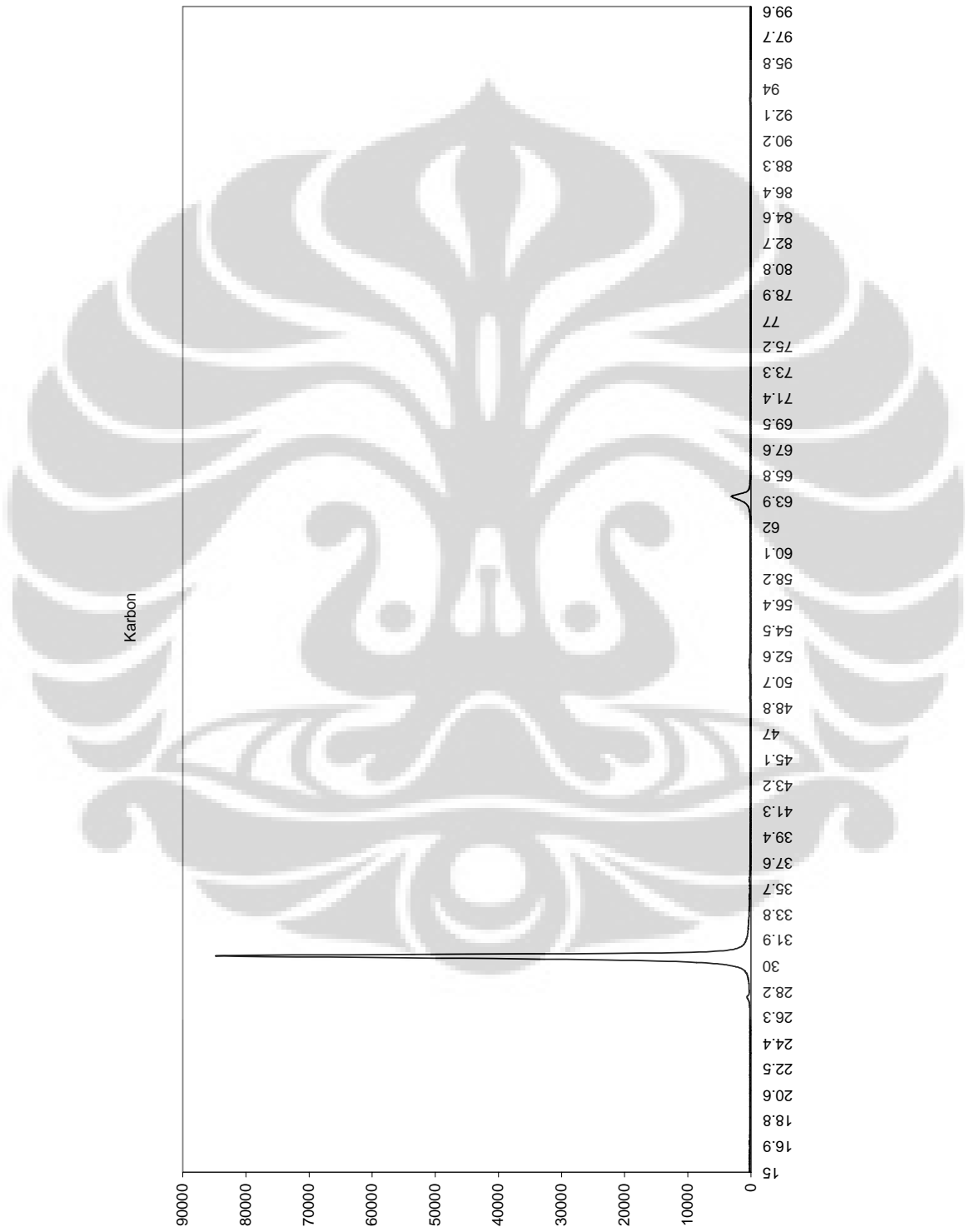
**Lampiran 8**  
**Pola difraksi bahan awal::PVC**



**Lampiran 9**  
**Pola difraksi bahan awal::Asam Borat**



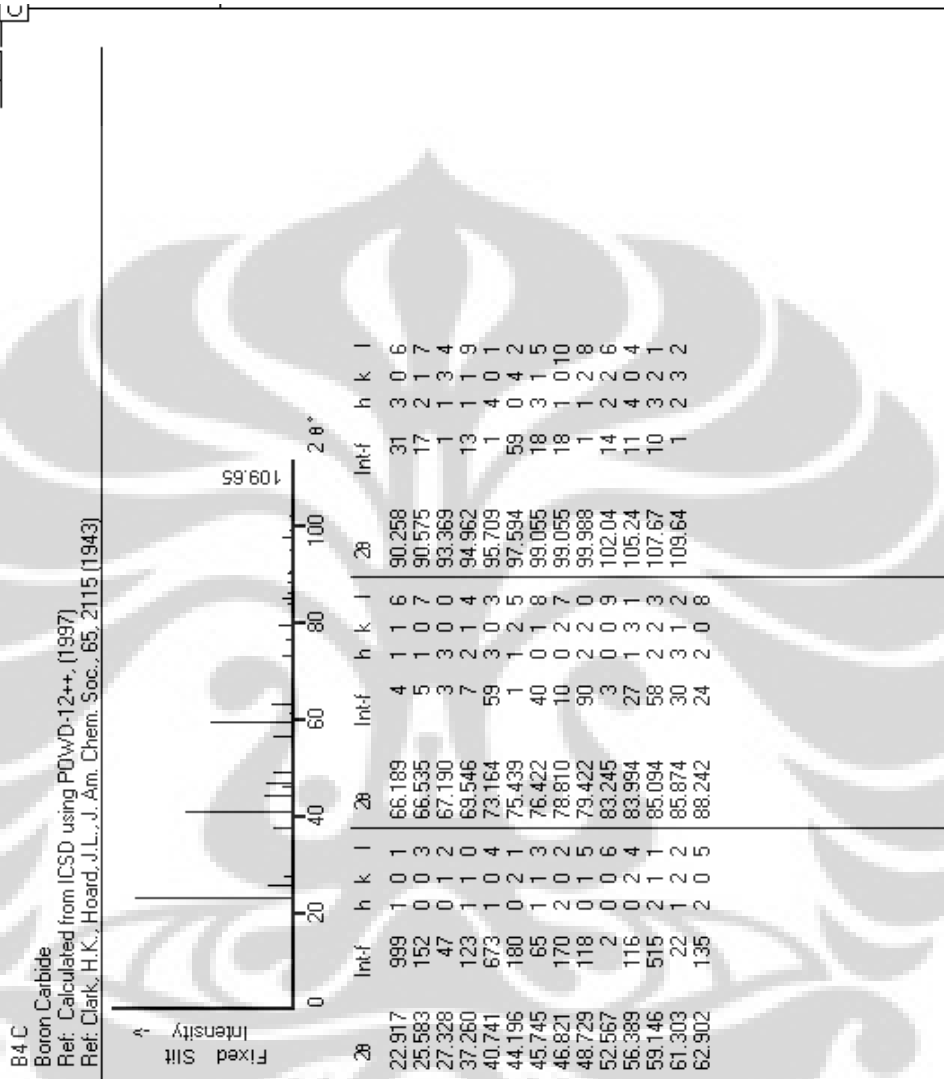
**Lampiran 10**  
**Pola difraksi bahan awal:: Karbon**



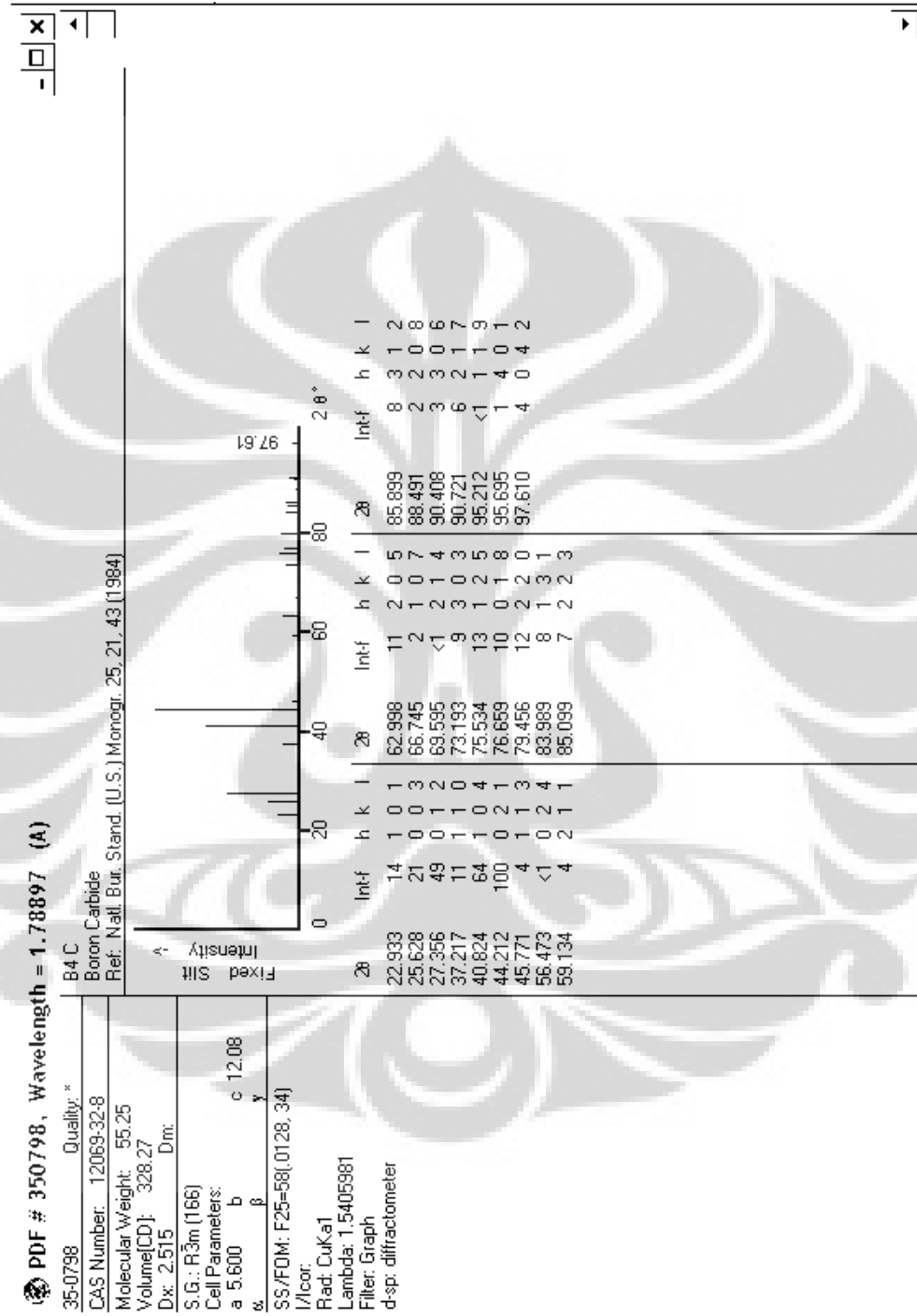
Lampiran 11  
Database PCPDFWIN: B<sub>4</sub>C

PDF # 750424, Wavelength = 1.78897 (Å)

75-0424	Quality: C
B <sub>4</sub> C	
Boron Carbide	
CAS Number:	55.25
Molecular Weight:	329.16
Volume(CD):	Dm: 2.520
S.G.: R <sub>3</sub> m (166)	
Cell Parameters:	
a	b
c	12.12
α	β
	γ
I/cor: 0.46	
Rad: CuKα1	
Lambda: 1.54060	
Filter:	
d-sp: calculated	
ICSD #: 029093	

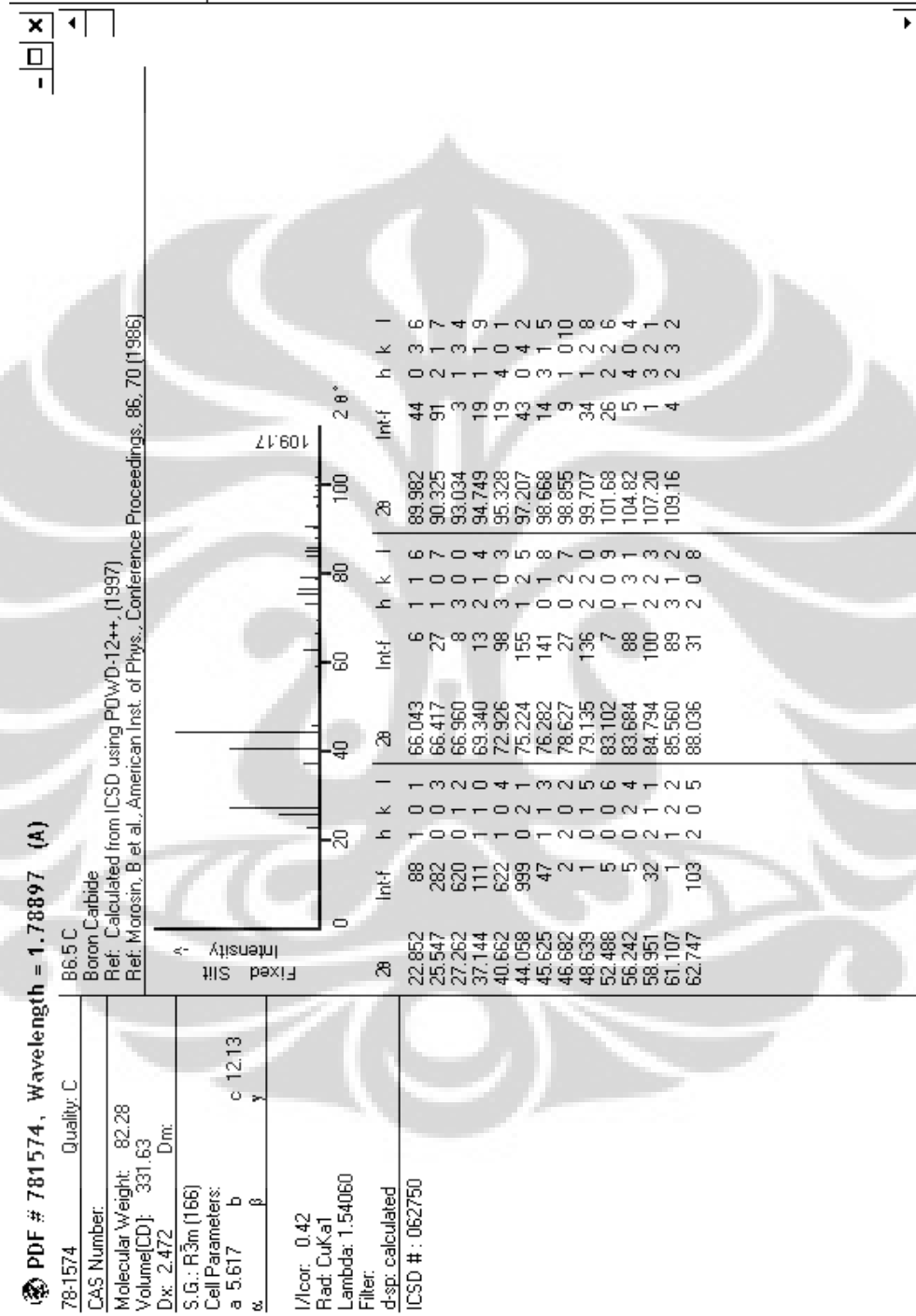


Lampiran 12  
Database PCPDFWIN: B<sub>4</sub>C

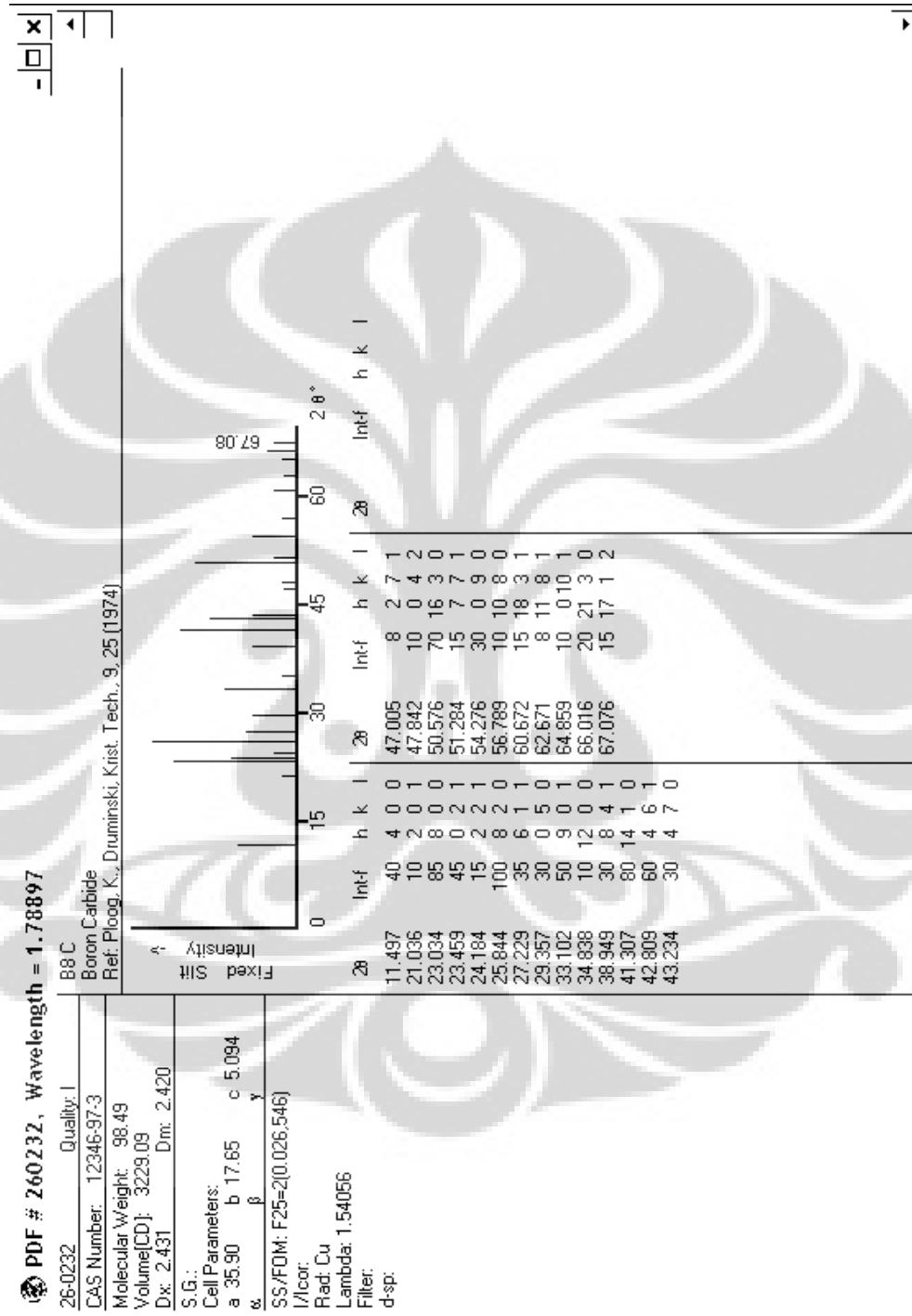




Lampiran 13  
Database PCPDFWIN: B<sub>6.5</sub>C



Lampiran 14  
Database PCPDFWIN: B<sub>8</sub>C



Lampiran 15  
Database PCPDFWIN: B<sub>25</sub>C

PDF # 250096, Wavelength = 1.78897 (Å)

25-0096 Quality: I

CAS Number: 37190-23-1

Molecular Weight: 282.26

Volume[CC]: 386.45

Dx: 2.426 Dm: 2.430

S.G.: P42/nmm (134)

Cell Parameters:

a 8.722 b c 5.080

α β γ

SS/FOM: F27=18(0.027, 54)

I/color:

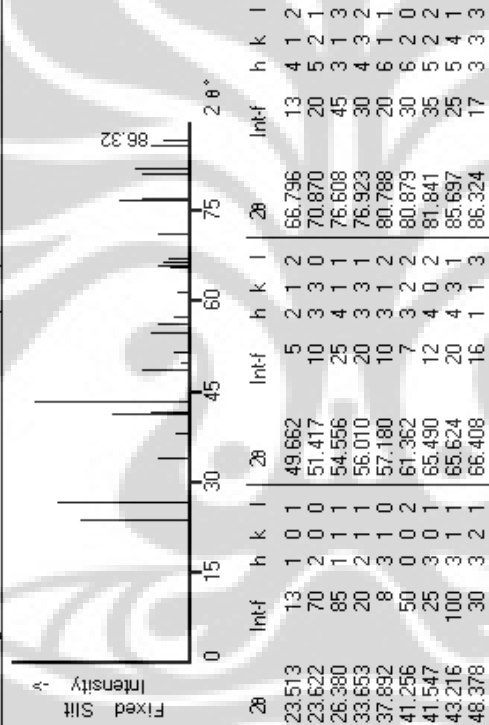
Rad: CuKα1

Lambda: 1.54051

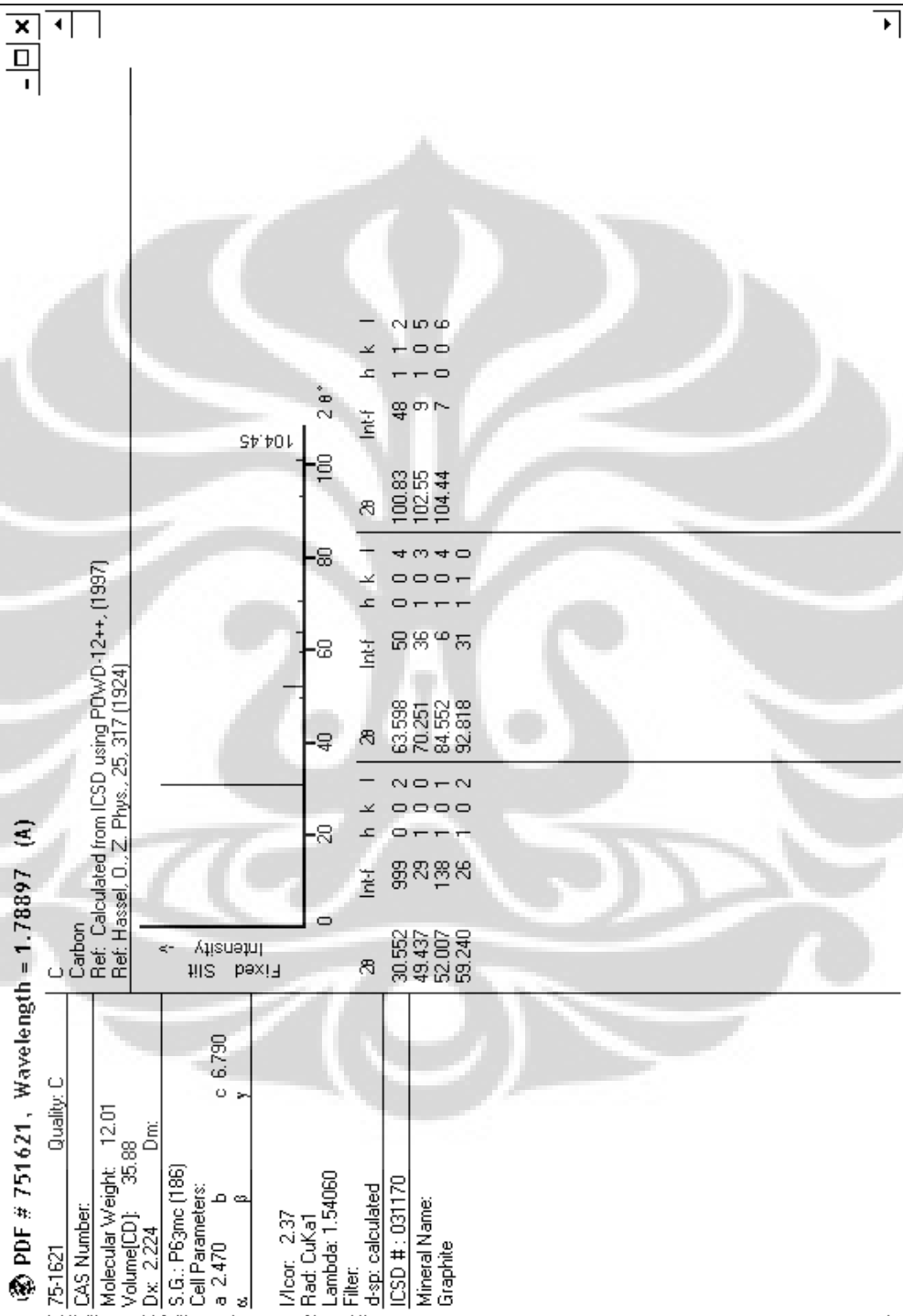
Filter:

d-sp: Guinier

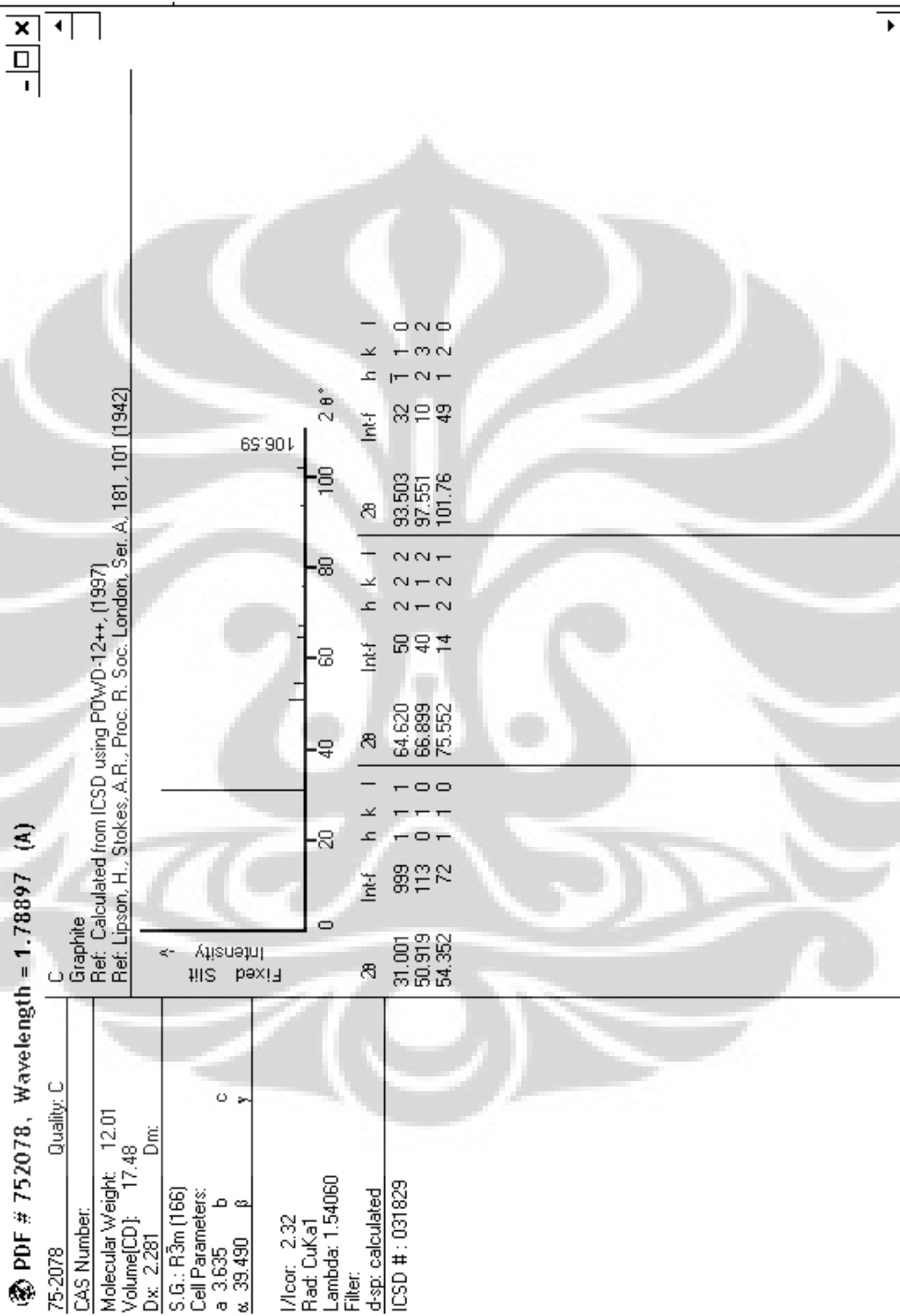
825 C  
Boron Carbide  
Ref: Ploog et al., J. Less-Common Met., 29, 161 (1972)



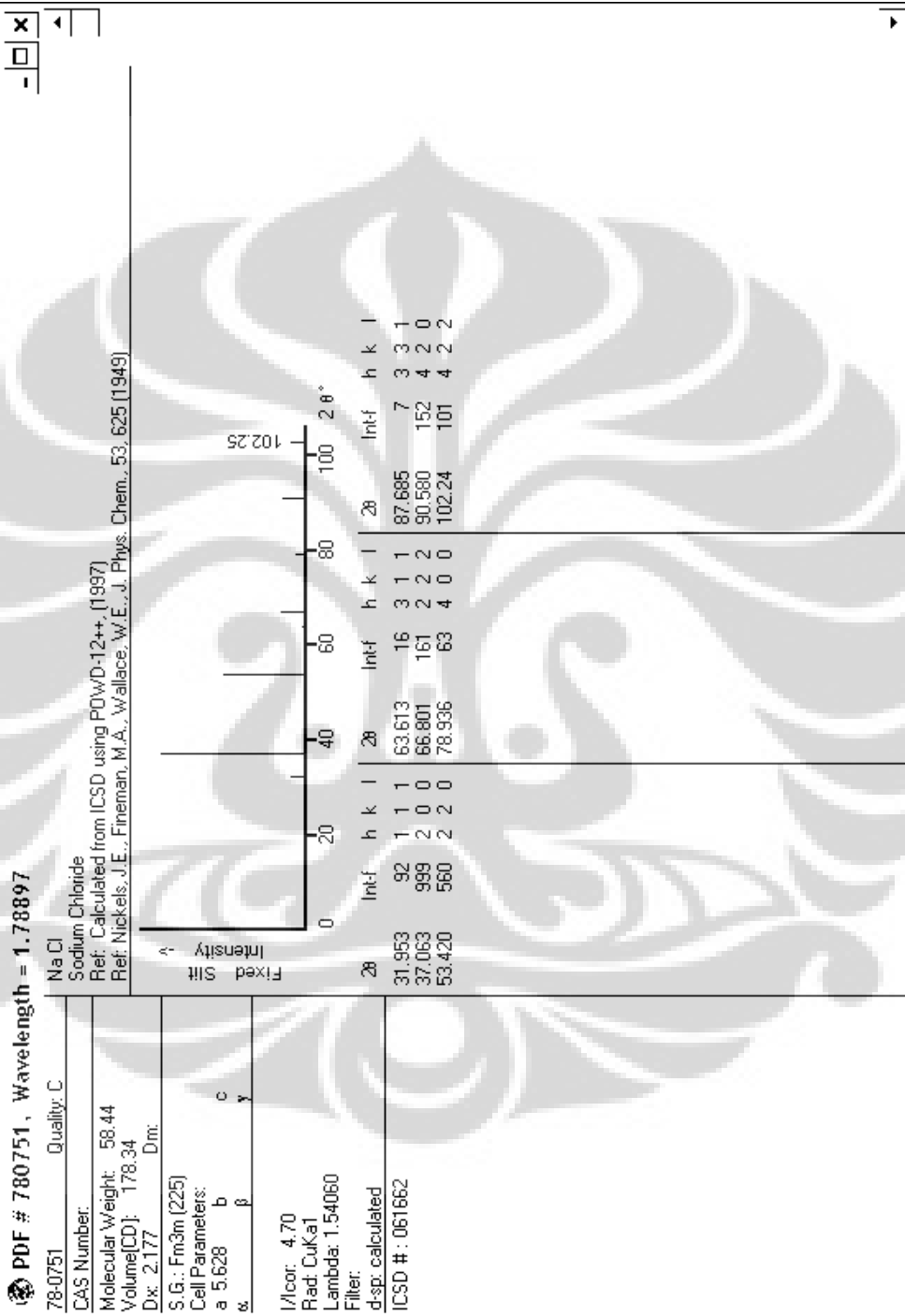
Lampiran 16  
Database PCPDFWIN: C



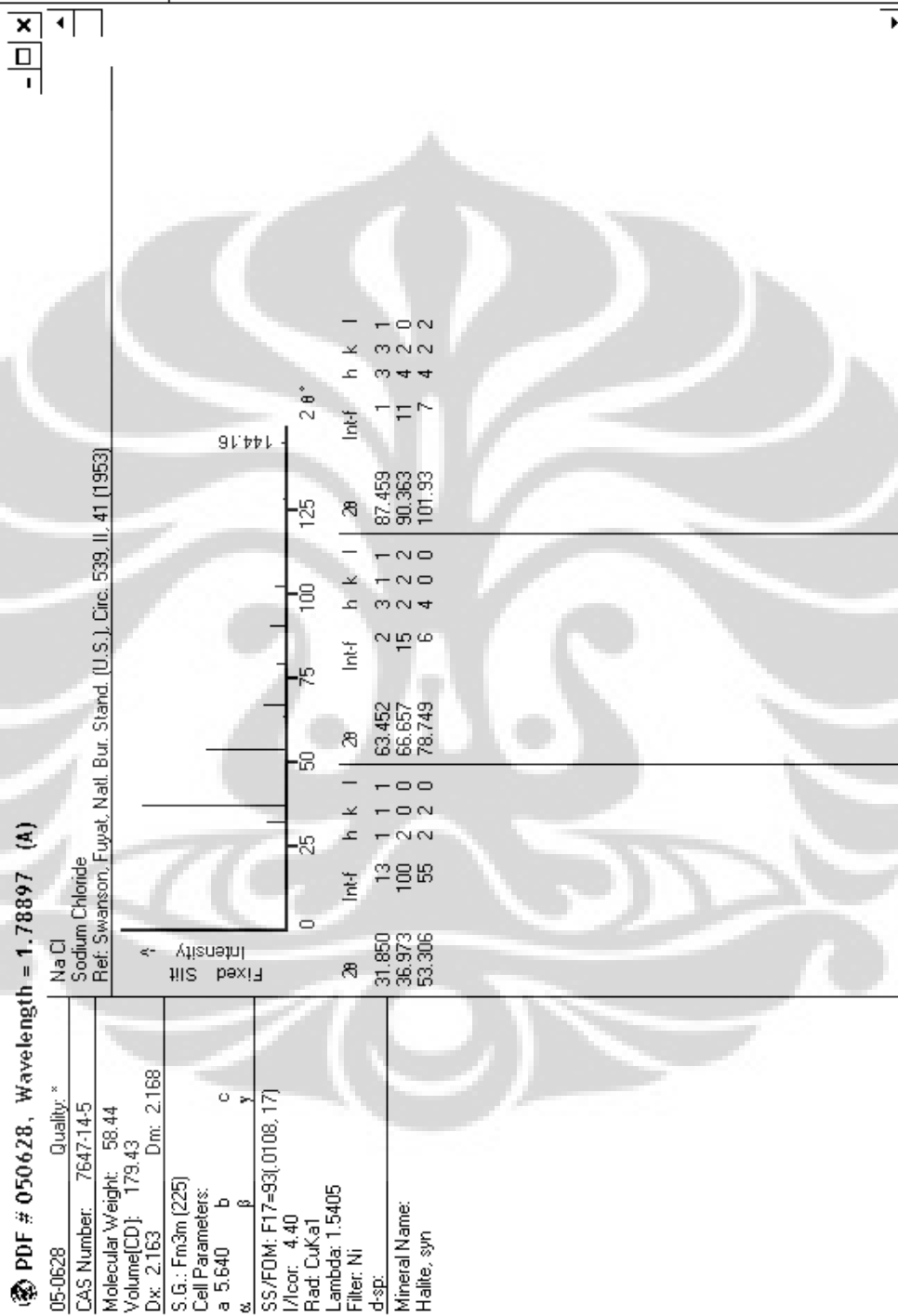
Lampiran 17  
Database PCPDFWIN: C



**Lampiran 18**  
**Database PCPDFWIN: NaCl**



Lampiran 19  
Database PCPDFWIN: NaCl

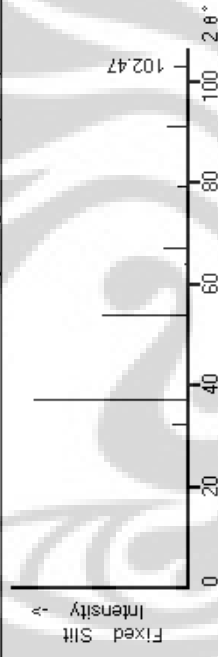


Lampiran 20  
Database PCPDFWIN: NaCl

PDF # 721668, Wavelength = 1.78897 (Å)

72-1668	Quality: C
NaCl	
Sodium Chloride	
CAS Number:	
Molecular Weight:	58.44
Volume(CD):	177.50
Dx:	2.187
Dm:	
S.G.:	Fm3m (225)
Cell Parameters:	
a	5.620
b	
c	
$\alpha$	
$\beta$	
$\gamma$	
I/lorr:	4.57
Rad:	CuK $\alpha$ 1
Lambda:	1.54060
Filter:	
d-sp:	calculated
ICSD #:	018189

Ref: Calculated from ICSD using POW/D-12++, (1997)  
Ref: Abrahams, S.C., Bernstein, J.L., Acta Crystallogr., 18, 926 (1965)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
32.004	97	1	1	1	63.724	18	3	1	1	87.858	7	3	3	1
37.123	999	2	0	0	66.920	152	2	2	2	90.761	135	4	2	0
53.510	551	2	2	0	79.084	57	4	0	0	102.47	88	4	2	2

- □ x