

**SINTESA BORON KARBIDA B₄C
MENGUNAKAN METODE REDUKSI KARBOTHERMIK
DARI ASAM BORAT H₃BO₃, ASAM SITRAT C₆H₈O₇, dan
KARBON AKTIF C**

TESIS

**DWI NANTO
6305002044**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA dan ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN FISIKA
PROGRAM MAGISTER ILMU MATERIAL
JAKARTA
JULI 2008**

اعُوذُ بِاللّٰهِ مِنَ الشَّيْطَانِ الرَّجِيْمِ

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِيْمِ

لَقَدْ اَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَاَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتٰبَ
وَالْمِيزَانَ لِيَقُوْمَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ وَاَنْزَلْنَا الْحَدِيْدَ
فِيْهِ بَاسٌ شَدِيْدٌ وَّمَنْ اَفْعٰلُ النَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللّٰهُ مَنْ يَنْصُرُهُ
وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ اِنَّ اللّٰهَ قَوِيٌّ عَزِيْزٌ ﴿٢٥﴾

Sesungguhnya Kami telah mengutus rasul –rasul Kami dengan membawa bukti –
bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al Kitab dan neraca
(keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi
yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia,
(supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa
yang menolong (agama)Nya dan rasul – rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya.
Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa.

(QS Al Hadiid : 25)

*Sebentuk tanda hormat dan taat
teruntuk kedua orang tuaku ...*

**SINTESA BORON KARBIDA B_4C
MENGUNAKAN METODE REDUKSI KARBOTHERMIK
DARI ASAM BORAT H_3BO_3 , ASAM SITRAT $C_6H_8O_7$, dan
KARBON AKTIF C**

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

**DWI NANTO
6305002044**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA dan ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN FISIKA
PROGRAM MAGISTER ILMU MATERIAL
JAKARTA
JULI 2008**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Dwi Nanto
NPM : 6305002044
Tanda Tangan :

Tanggal : 2 Agustus 2008

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : Dwi Nanto
NPM : 6305002044
Program Studi : Ilmu Material
Judul Tesis :

**SINTESA BORON KARBIDA B₄C
MENGUNAKAN METODE REDUKSI KARBOTHERMIK
DARI ASAM BORAT H₃BO₃, ASAM SITRAT C₆H₈O₇, dan
KARBON AKTIF C**

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Ilmu Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Bambang Soegijono

Penguji : Dr. Budhy Kurniawan

Penguji : Dr. Djoko Triyono

Ditetapkan di : Jakarta
Tanggal : 12 Juli 2008

KATA PENGANTAR

Segala puji hanya milik Allaah yang Maha Kuat lagi Maha Perkasa. Allaah Yang Maha Suci lagi Maha Tinggi menciptakan besi yang didalamnya terdapat kekuatan yang hebat agar manusia mengambil manfaat. Besi yang kuat telah menginspirasi manusia berkreasi menghadirkan kemungkinan baru material yang berkekuatan hebat lainnya. Shalawat serta salam teruntuk manusia pilihan Muhammad SAW yang memotivasi begitu banyak manusia. Semoga kami termasuk pengikutmu yang setia bagai jari tengah dan jari manis.

Eksperimen material boron karbida B_4C yang diawali penemuan Ridgway 1934 ini membawa perkembangan jauh hingga saat ini. Pemanfaatan yang luas dan potensi ekonomi yang besar dari sintesa fasa ini turut memberi rasa keingintahuan yang besar bagi kami. Untuk itu, kami telah lakukan serangkaian penelitian yang berkelanjutan dan terus mengembangkannya secara bertahap.

Apa yang telah kami lakukan secara sadar terpikir masih jauh dari aplikasi yang dapat diwujudkan oleh sekelompok kecil cendekiawan untuk negeri ini. Tetapi kami sangat yakin masa itu akan sampai. Dengan atau tanpa kami. Karena ada langkah pertama, maka akan ada langkah kedua dan langkah yang terus akan berkelanjutan.

Semoga Allaah Yang Maha Melihat, meski kami tidak mampu melihat-Nya, menjadikan rangkaian aktivitas kami ini bernilai ibadah.

Jakarta, 18 Agustus 2008

Dwi Nanto

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan rasa syukur atas segala limpahan nikmat yang telah Allaah berikan, maka penulis pun merasa berterima kasih yang hebat kepada:

1. Dr. Bambang Soegijono selaku Dosen Pembimbing penelitian. “Bahwa kesempurnaan sesungguhnya ‘kebohongan’ hingga mampu melihat urgensinya”
2. Dr. Budhy Kurniawan dan Dr. Djoko Triyono atas kesediannya menjadi Dewan Penguji
3. Para dosen pengajar perkuliahan S2 Sains Material UI
4. Staf administrasi S2 Material dan karyawan
5. Bapak dan mamak yang mencurahkan dukungan dan semangat. Apa yang saya capai kini semata – mata keberhasilan bapak dan mamak selaku orang tua. Atas segala doa yang terpanjatkan, semoga Allaah SWT kabulkan. Semoga pula saya tidak menjadi cobaan atas kebanggaan sebagaimana Allaah SWT telah peringatkan
6. Keluarga yang memahami terutama Mba Wit (juga Mas Nandar) dan Meni (juga Ari dan si kecil Amru yang *gemesin*)
7. Bpk. Suparno Laboran *High Temperature Furnace*
8. Bpk. Jajat Laboran FTIR Teknik Gas Petrokimia FT UI
9. Ibu Musni yang memberi dukungan material bahan – bahan penelitian juga edukasinya tentang formulasi bahan sintesa B₄C. Juga Mba Vira yang memberikan tips mengolah data GSAS. Pak Pri dan Mba Yofen untuk timbangan digital dan diskusi saat penelitian
10. Pak Dwi dan Pak Dono (*the Dept of Physics Security*) atas perhatiannya sebagai teman saat menginap di kampus tercinta
11. Teman – teman semasa kuliah atas kepedulian berbagi ilmu dan informasi sehingga perkuliahan berjalan lancar. Buat yang masih sendiri (Anif , Dini – termasuk saya) semoga dipertemukan jodohnya. Bagi yang akhirnya dapat amanah buah hati (Mba Tanti dan Giarno) semoga Allaah menjadikan keturunan kalian anak – anak yang sholeh dan berbakti kepada

orang tua dan jadi kebanggaan ummat. Buat Kang Zain terima kasih *e-mail*-nya. Buat Kang Harris yang sidang di hari yang sama selamat membuka peluang ‘jutaan – jutaan’ baru. Terima kasih buat Andes, Lukman dan Lindu atas bantuannya saat eksperimen. Terima kasih juga buat rekan – rekan seperjuangan yang lainnya semoga sukses selalu.

12. Iwan Sugihartono MSi atas kiriman jurnal – jurnal ilmiah serta *chatting* topik penelitian hingga pagi buta. Semoga sukses untuk program doktoralnya di Nanyang Technological University
13. Ketua Yayasan Citra Bangsa Bpk. Abdullah Ibrahim dan Direktur Jubilee School Ibu Ida Farida atas dukungannya sehingga saya bisa bekerja sekaligus menyelesaikan kuliah ini. Juga Bpk. Harris yang menyetujui ijin saya mengerjakan tesis
14. Teman – teman sejawat di lingkungan kerja yang kondusif sehingga bisa tuntas kuliah S2 ini. Ms. Stanny (semoga sukses di Amerika beserta buah hati kebanggaan Steffani), Ms. Made dan Ms. Eli (terima kasih saya bisa pamit tanpa harus meninggalkan jam mengajar), Mr. Budiman (*New Leader with New Paradigm*), Mr. Lutfi (semoga Allaah memberi balasan yang terbaik), Mr. Yosa (fikih kontemporenya sudah disampaikan ke dosen pembimbing), Mr. Hussein (syekh), Mr. Wahyu dan Mr. Daniel (*the Physics partner*), Mr. Anies dan Mr. Ahmad (*syiah point of view*), Ms. Tiur, Ms. Puji dan Ms. Titin (pelaku dan korban), Ms. Eka, Ms. Mansha, Ms. Syu, Mr. Hapri, Mr. Wismo, Mr. Cholid, Mr. Mukhsin, Mr. Gamal, Ms. Kartika serta rekan kerja lainnya
15. Kawan dan berbagai pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu. Terima kasih semuanya.

Jakarta, 18 Agustus 2008

Dwi Nanto

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

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

Nama : Dwi Nanto
NPM : 6305002044
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 Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

**SINTESA BORON KARBIDA B₄C
MENGUNAKAN METODE REDUKSI KARBOTHERMIK
DARI ASAM BORAT H₃BO₃, ASAM SITRAT C₆H₈O₇, dan
KARBON AKTIF C**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya tanpa meminta izin dari saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta
Pada tanggal : 2 Agustus 2008
Yang menyatakan

(Dwi Nanto)

ABSTRAK

Nama : Dwi Nanto
Program Studi : Ilmu Material
Judul :

**SINTESA BORON KARBIDA B₄C
MENGUNAKAN METODE REDUKSI KARBOTHERMIK
DARI ASAM BORAT H₃BO₃, ASAM SITRAT C₆H₈O₇, dan
KARBON AKTIF C**

Telah dilakukan sintesa B₄C dengan cara mengubah komposisi asam sitrat dan karbon aktif dari suatu komposisi tertentu yang telah diketahui sebelumnya. Untuk pencampuran digunakan *ballmill*. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD dan FTIR. Hasil XRD memperlihatkan bahwa dengan penambahan asam sitrat, jumlah B₄C yang terbentuk naik dan dengan penambahan karbon aktif, jumlah B₄C relatif turun sedikit. Data FTIR menunjukkan bahwa penambahan asam sitrat maupun karbon aktif memperlihatkan adanya ikatan – ikatan B – C. Bila dibandingkan dengan data XRD maupun FTIR dari B₄C Aldrich, telah terbentuk dengan baik B₄C.

Kata kunci: B₄C, reduksi karbothermik, XRD dan FTIR

ABSTRACT

Name : Dwi Nanto
Study Program : Material Science
Title :

**SYNTHESIZED B₄C USING CARBOTHERMIC REDUCTION
FROM BORIC ACID H₃BO₃, CITRIC ACID C₆H₈O₇, and
ACTIVATED CARBON C**

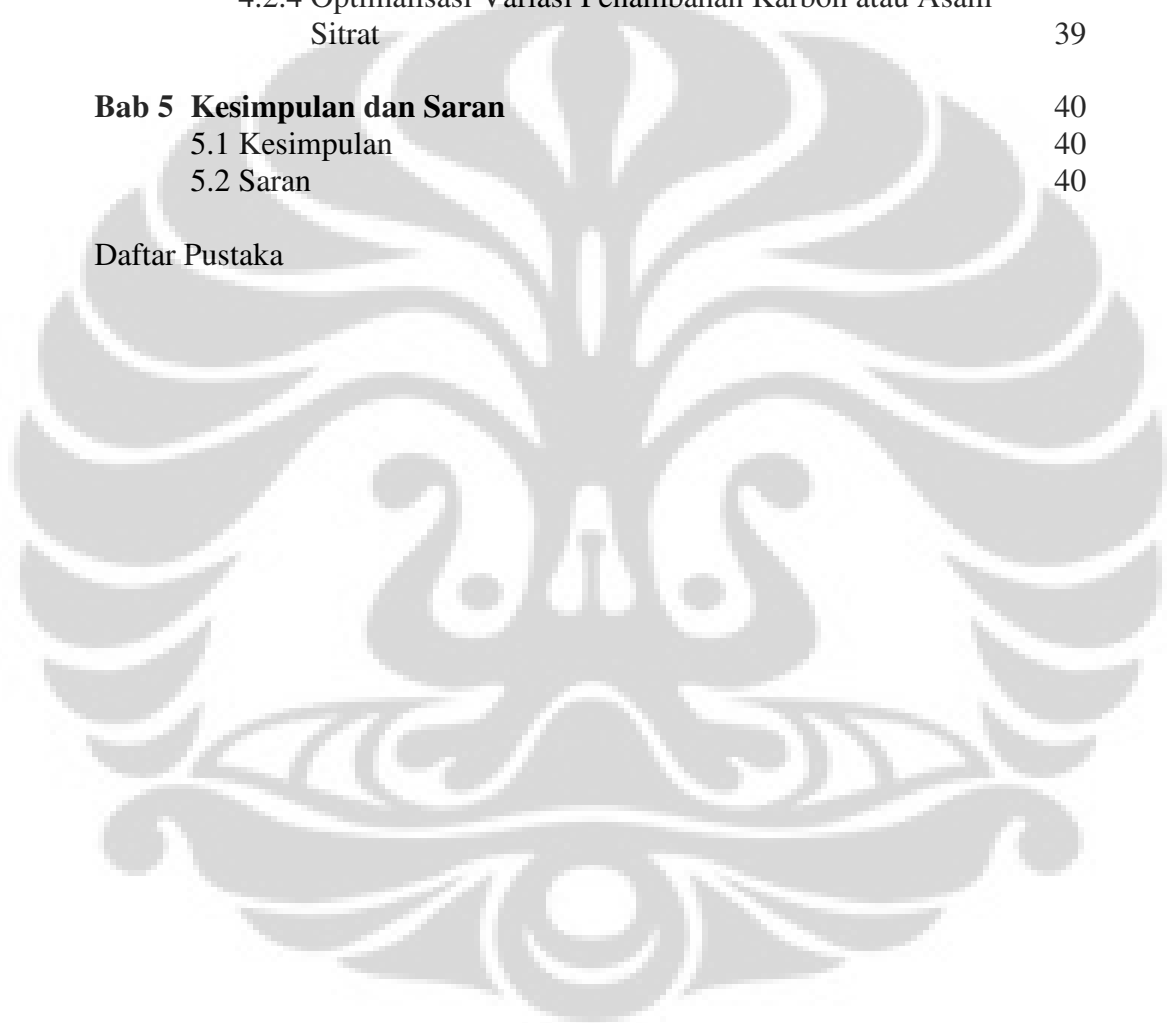
It has been synthesized B₄C by varying citric acid and activated carbon from predetermined composition. Material mixing was done by ballmill. Characterizations of the samples were done by means of XRD and FTIR. XRD diagram showed that B₄C increased by increasing citric acid and by increasing activated carbon the number of B₄C decreased. FTIR data showed that by increasing citric acid or activated carbon, the bond B – C appeared. By comparing data from B₄C Aldrich, the samples showed similarity.

Keywords: B₄C, carbothermic reduction, XRD and FTIR

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
UCAPAN TERIMA KASIH	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vii
ABSTRAK	viii
<i>ABSTRACT</i>	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
Bab 1 Pendahuluan	1
1.1 Latar Belakang Masalah	2
1.2 Judul Penelitian	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
Bab 2 Tinjauan Pustaka	4
2.1 Boron Karbida B ₄ C	4
2.2 Asam Borat B(OH) ₃	6
2.3 Karbon	8
2.4 Asam Sitrat C ₆ H ₈ O ₇	9
2.5 Proses Sintesa Boron Karbida	11
2.5.1 Sintesa Boron Karbida Dengan Metode Reduksi Karbothermik Dengan Material Berbentuk Gel	11
2.5.2 Sintesa Boron Karbida Dengan Metode LCVD Pada Lapisan Tipis yang Memvariasikan Karbon	15
Bab 3 Metode Penelitian	18
3.1 Diagram Alir Penelitian	18
3.2 Dasar Pemikiran Formulasi	19
3.3 Karakterisasi Bahan dan Alat	19
3.4 Proses Persiapan Sampel	20
3.5 Proses Pembakaran	22
3.6 Karakterisasi	23
3.6.1 Analisis Fasa Dengan XRD	23
3.6.2 Analisis Fasa Dengan GSAS	23
3.6.3 Analisis Fasa Dengan FTIR	24

Bab 4 Hasil dan Pembahasan	25
4.1 Hasil Eksperimen	25
4.1.1 Pola Ikatan Molekul Dengan <i>Fourier Transformation Infra Red</i>	25
4.1.2 Pengolahan Data XRD	27
4.1.3 Pengolahan Data GSAS	30
4.2 Pembahasan	34
4.2.1 Sampel Dasar (Blanko)	34
4.2.2 Sampel Dasar Dengan Variasi Penambahan Karbon	37
4.2.3 Sampel Dasar Dengan Variasi Penambahan Asam Sitrat	38
4.2.4 Optimalisasi Variasi Penambahan Karbon atau Asam Sitrat	39
Bab 5 Kesimpulan dan Saran	40
5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran	40
Daftar Pustaka	



DAFTAR GAMBAR

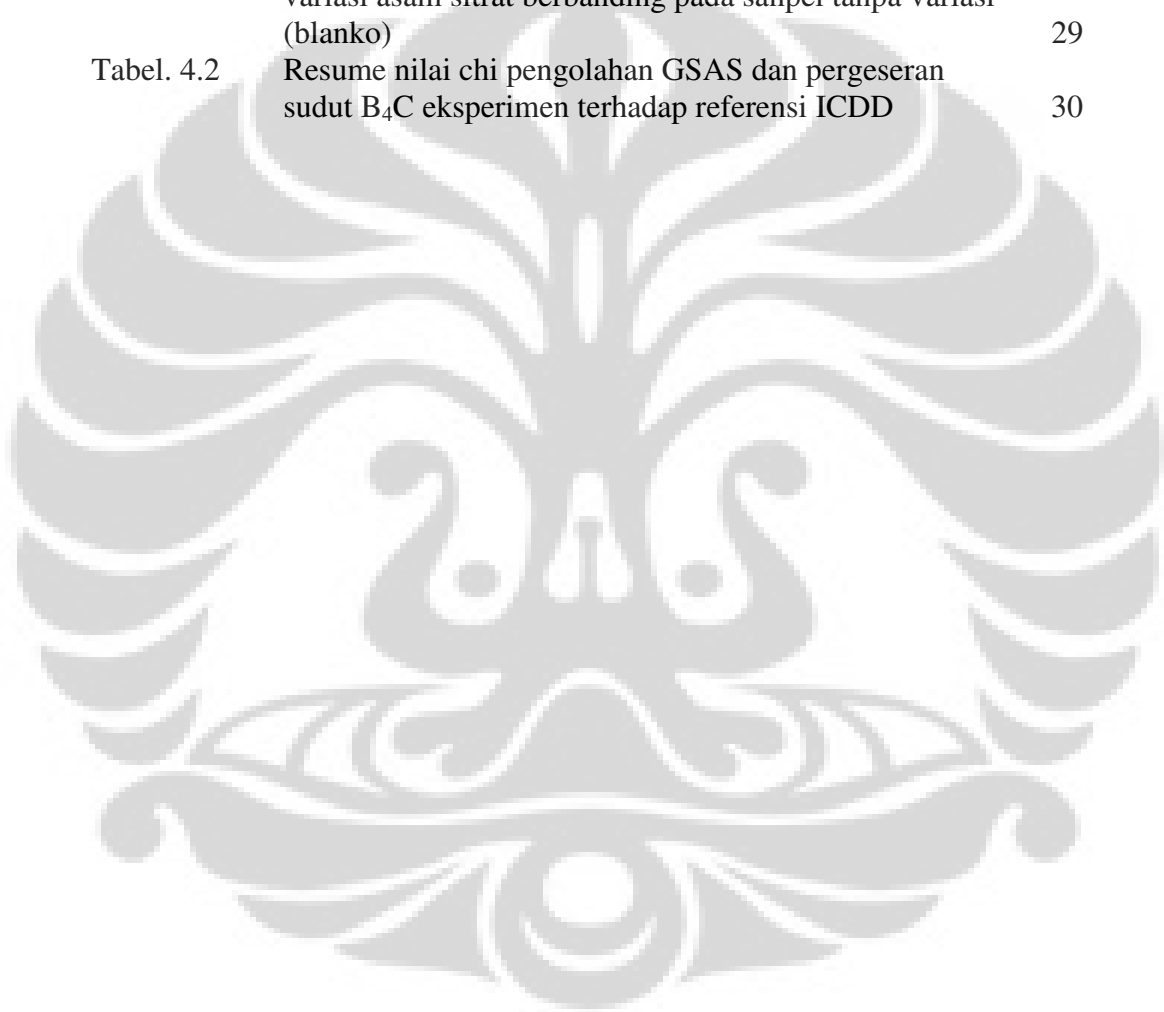
Gambar 2.1.	Struktur rhombohedral	6
Gambar 2.2.	Struktur atom B ₄ C. Atom hitam disebut sisi kutub, terikat dengan <i>icosahedral</i> tetangganya. Bentuk atom putih dari heksagon dan terletak pada sisi equator. Atom abu – abu pada rantai, terikat dengan atom equator	6
Gambar 2.3	Hasil analisis DSC – FTIR asam sitrat <i>monohydrate</i>	10
Gambar 2.4	Plot DTA/TG dari material gel: D ₁ , D ₂ merupakan DTA pada kenaikan 10, 20 °C/min dan T ₁ , T ₂ merupakan data TG kenaikan 10, 20 °C/min	13
Gambar 2.5	Pola XRD dari material gel yang dipyrolisasi pada temperatur yang berbeda, yakni a. 1000 °C, b. 1200 °C, c. 1400 °C, d. 1600 °C, e. 1800 °C dan f. setelah penghilangan karbon (pembakaran pada 600 °C)	13
Gambar 2.6	Data SEM temperatur 1600 °C pada bubuk yang dipirolis setelah dimurnikan	14
Gambar 2.7	Distribusi ukuran partikel pada bubuk yang telah dipyrolisasi pada 1600 °C dan telah dimurnikan	14
Gambar 2.8	a). Dekskripsi mikrograph SEM pada lapisan yang dideposisi dengan $\phi=0,25$, P=150 W dan $t_{int}= 30$ s b). Profil lapisan yang dideposis dengan $\phi=0,25$, P=150 W dan perbedaan waktu	16
Gambar 2.9	Spektra Raman dari lapisan boron karbida dengan perbedaan kandungan karbon yang diukur dengan EPMA	17
Gambar 2.10	Spektra GIXRD dari lapisan boron karbida dengan perbedaan kandungan karbon yang diukur dengan EPMA	17
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian	18
Gambar 4.1	Pola FTIR pada sampel B ₄ C Aldrich p.a	25
Gambar 4.2	Pola FTIR pada sampel material dasar tanpa variasi (blanko)	26
Gambar 4.3	Pola FTIR pada sampel material dasar dengan variasi 10% x 1½ x 1/6 Mr. asam sitrat	26
Gambar 4.4	Pola FTIR pada sampel material dasar dengan variasi 0,8 mol karbon aktif	27
Gambar 4.5	Data XRD perbandingan sampel pada saat kalsinasi (blako tanpa sintering), sampel referensi B ₄ C Aldrich, sampel dengan variasi asam sitrat [(½ , 1, 1½ dan 2)] X 10% X 1/6 Mr. mol]	28
Gambar 4.6	Data XRD perbandingan sampel pada saat kalsinasi (blako tanpa sintering), sampel referensi B ₄ C Aldrich p.a., sampel dengan variasi 0,2 mol; 0,4 mol; 0,6 mol dan 0,8 mol karbon	28
Gambar 4.7	Perbandingan intensitas sampel tanpa variasi (blanko), sampel variasi karbon dan variasi sitrat	29

Gambar 4.8	Plot data GSAS variasi 0,2 mol C untuk 5 fasa, yakni $\text{Fe}_{0,920}\text{O}$, Fe_2O_3 , B_4C , B_{25}C , dan FeB	31
Gambar 4.9	Plot data GSAS variasi 0,4 mol C	32
Gambar 4.10	Plot data GSAS variasi $1\frac{1}{2}\times 10\% \times 1/6$ Mr. asam sitrat	33
Gambar 4.11	Plot data GSAS sampel tanpa variasi (blanko)	33
Gambar 4.12.	Grafik hasil DTA untuk asam borat	36
Gambar 4.13	Grafik hasil DTA untuk karbon	36



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat – sifat boron karbida	5
Tabel 2.2	Sifat asam borat	7
Tabel 2.3	Sifat-sifat fisik karbon	9
Tabel 2.4	Sifat-sifat fisik asam sitrat	11
Tabel.2.5	Parameter proses pembuatan lapisan boron karbida dengan metode LCVD	15
Tabel 4.1	Persentase intensitas XRD pada variasi karbon dan variasi asam sitrat berbanding pada sampel tanpa variasi (blanko)	29
Tabel. 4.2	Resume nilai chi pengolahan GSAS dan pergeseran sudut B_4C eksperimen terhadap referensi ICDD	30



Bab 1

Pendahuluan

1.1 Latar Belakang Masalah

Posisi tawar suatu negara di antara negara – negara lainnya dapat ditinjau dari dua sisi, yakni bagaimana kekuatan ekonomi dan kekuatan militer negara itu. Bila satu diantaranya saja dapat diakui negara – negara lain, maka hal ini dapat bermanfaat dalam rangka menjaga kepentingan suatu negara yang didalamnya juga terdapat kepentingan warga negara berupa keamanan, kenyamanan, kesejahteraan dan lain – lain.

Dalam hal kekuatan militer didalamnya terdapat unsur tentara yang perlu peralatan dan perlengkapan memadai. Salah satu kebutuhan tentara dalam kepentingan pertahanan dan keamanan negara, yakni *body armor*. Kondisi *body armor* yang dibutuhkan diantaranya dibuat dari bahan yang sangat kuat untuk menahan peluru tetapi sekaligus sangat ringan agar dapat meringankan beban. Material baja dapat digunakan karena sangat kuat tetapi kondisinya sangat berat mencapai 4 – 5 kg per *body armor*. Penelitian sintesa material menemukan jenis material boron karbida khususnya B_4C memiliki karakter kekerasan sangat tinggi sekaligus sangat ringan sehingga dimanfaatkan sebagai *body armor*.

Boron karbida B_4C merupakan satu diantara berbagai material terkeras yang pernah diketahui dan diproduksi massal dalam jumlah besar mencapai berton – ton [1]. Tingkat kekerasan B_4C diketahui menduduki peringkat ketiga. B_4C ditemukan pada pertengahan abad ke-19 sebagai hasil produksi dari logam borid, dan dipelajari secara detail pada tahun 1930-an.

Boron karbida B_4C pada kenyataannya memiliki kemiripan komposisi kimia pembangun yang beragam seperti $B_{13-65}C_{2-85}$, $B_{10}C$, B_8C , $B_{13}C$ dan B_4C . Fasa – fasa tersebut merupakan variasi komposisi yang mungkin terbentuk dari proses sintesa boron karbida B_4C [2].

Boron karbida merupakan material non oksida yang pada umumnya sulit untuk di-*sinter* sehingga diperlukan *hot pressing* atau *sinter* HIP. Sejumlah kecil bahan tambahan seperti carbon halus atau silikon karbida diperlukan pada teknik ini untuk meningkatkan *sintering* pada suhu yang realistis (1900°C – 2000°C) [3].

Pembuatan boron karbida B₄C baik proses dan teknik pembuatannya pada industri modern dilakukan dengan cara klasik. Prosesnya mereaksikan karbon (C) dengan oksida borat B₂O₃ di dalam *arc furnace* listrik pada temperatur tinggi[4] melalui proses pengurangan karbon (reduksi karbothermik) atau dengan reaksi fasa gas[5]. Temperatur sangat tinggi seperti dijelaskan di atas sangat sulit dilakukan.

Boron karbida B₄C juga dapat disintesa dari logam boron dan karbon secara langsung. Mengingat tingginya temperatur yang dibutuhkan untuk *sintering*, maka dibutuhkan biaya yang cukup tinggi sehingga metode ini tidak menarik secara ekonomis. Beberapa metode tradisional pembentukan boron karbida dapat disiapkan dengan variasi metode suhu tinggi, diantaranya:

1. reduksi termal karbon dari boron oksida pada suhu di atas 1000°C [3],
2. reaksi langsung dari karbon dengan boron,
3. reduksi BCl₃ dengan CH₄ pada suhu 1500°C dengan laser
4. reduksi magnesiothermis boron oksida dengan karbon pada suhu 1000 – 1200 °C [6].

Perkembangan sintesa boron karbida B₄C juga dikembangkan dengan menggunakan teknik awal polimer sebagai *precursor* dan penggunaan temperatur rendah [5]. Proses ini mensintesa boron karbida dari campuran CCl₄ dan BBr₃ dengan katalis logam natrium pada suhu 450°C. Teknik polimer lainnya, yaitu dengan menggunakan pirolisa campuran antara asam borat dengan polivinil alkohol pada suhu 400°C dan 800°C^[6]. Hanya saja permasalahannya proses pirolisa sulit untuk dicapai.

Dari berbagai opsi temperatur sintesa boron karbida B₄C di atas, maka penelitian ini memilih metode klasik, yakni proses temperatur tinggi. Penelitian ini melakukan sintesa boron karbida B₄C dengan bahan awal asam borat (teknis), asam sitrat (pro analisis) dan karbon aktif (pro analisis). Dari komposisi ini

disusun persamaan stokiometri tertentu untuk kemudian diuji dalam bentuk sampel yang diharapkan dapat menghasilkan fasa material yang mempunyai struktur atau sifat menuju ke boron karbida B_4C .

1.2 Judul Penelitian

Judul penelitian ini adalah : **“SINTESA BORON KARBIDA B_4C MENGGUNAKAN METODE REDUKSI KARBOTHERMIK DARI ASAM BORAT H_3BO_3 , ASAM SITRAT $C_6H_8O_7$, dan KARBON AKTIF C”**.

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian adalah :

1. Sintesa boron karbida B_4C dari bahan dasar asam borat yang ditambahkan dengan asam sitrat dan karbon aktif
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan karbon aktif atau asam sitrat

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian ini beberapa hal yang menjadi batasan masalah, yakni:

1. Variasi karbon aktif hanya empat, yakni 0,2 mol, 0,4 mol, 0,6 mol dan 0,8 mol karbon
2. Variasi asam sitrat hanya empat, yakni $1 \times 10\% (1/6 \times Mr. \text{ asam sitrat})$ mol, $1,5 \times 10\% (1/6 \times Mr. \text{ asam sitrat})$ mol, $2 \times 10\% (1/6 \times Mr. \text{ asam sitrat})$ dan $2,5 \times 10\% (1/6 \times Mr. \text{ asam sitrat})$ mol asam sitrat
3. Pengolahan EXPGUI – GSAS hanya memasukkan satu fasa, yaitu B_4C saja sedangkan *peak* pada XRD lainnya tidak menjadi ketertarikan penelitian
4. Proses *sintering* dilakukan pada temperatur $1300^\circ C$ selama 2 jam.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan material boron karbida B_4C dengan menggunakan bahan yang relatif murah dan mudah didapat.

Bab 2

Tinjauan Pustaka

2.1 Boron Karbida B₄C

Intan, alotropi dari karbon, merupakan mineral terkeras yang sejatinya terbentuk secara natural di alam. Pembentukan intan yang alami sangat membutuhkan kondisi tertentu. Pembentukan intan dari karbon membutuhkan tekanan tinggi 45 – 60 kilobar [7] pada temperatur 1652 – 2372 °F (900–1300 °C)[7]. Kondisi ini dapat ditemukan di dua tempat di bumi, yaitu pada lapisan litosfer dibawah lempeng benua yang stabil dan di tempat terjadinya benturan meteor. Sifat mekaniknya yang keras begitu menarik dan luas pemanfaatannya sehingga manusia berusaha menciptakan material berkarakter serupa. Intan buatan mampu dibuat manusia dengan kondisi temperatur dan tekanan yang tinggi tetapi dengan teknik yang sulit. Perkembangan material dengan sifat kekerasan tinggi berhasil menemukan boron karbida B₄C pada 1930-an dengan tingkat kekerasan 9.3 pada skala mohs sedangkan tingkat kekerasan intan 10 pada skala mohs. Boron karbida B₄C dapat diproduksi secara industri karena tidak membutuhkan tekanan tinggi meski tetap membutuhkan suhu tinggi 1900 – 2200 °C.

Boron karbida B₄C dikategorikan material non metalik dengan titik lebur 2450 °C[4]. Selain sangat keras boron karbida B₄C memiliki berat jenis yang rendah, modulus young yang tinggi, stabilitas kimia yang tinggi, tahan temperatur sangat tinggi dan memiliki sifat termo-elastis sempurna. Boron karbida B₄C secara luas digunakan dalam berbagai teknologi modern diantaranya adalah :

- a. pelindung terhadap abrasif atau pengikisan, contoh *watter jet cutting, dressing diamond tools* dan lain – lain
- b. pelapis *nozzles* pada hulu ledak sistim persenjataan
- c. pelindung radiasi karena menyerap netron dengan baik pada reaktor nuklir
- d. pelindung badan *body armor* untuk tentara karena sifatnya yang keras, modulus young yang tinggi dan densitas yang rendah

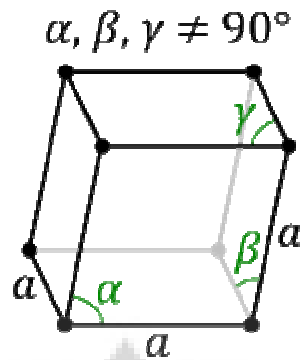
Tabel 2.1

Sifat – sifat boron karbida

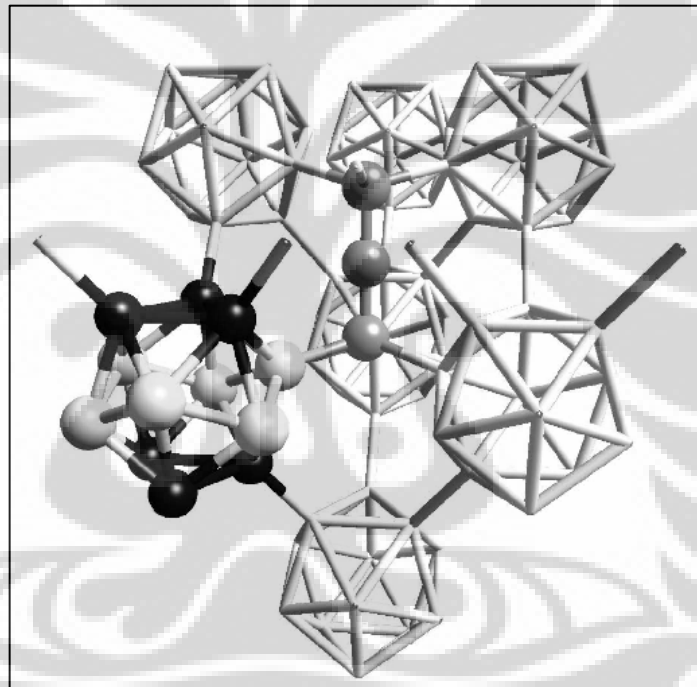
No	Karakteristik	Nilai	Satuan
1	Densitas	2,52	g.cm^{-3}
2	Titik lebur	2.445	($^{\circ}\text{C}$)
3	Kekerasan	2900 - 3580	(Knoop100g)(kg.mm^{-2})
4	<i>Fracture Roughness</i>	2,9 – 3,7	$\text{MPa.m}^{-1/2}$
5	Modulung Young	450 - 470	Gpa
6	Konduktivitas Elektrik	140	(pada 25°C) (S)
7	Konduktivitas Termal	30 - 42	(pada 25°C)(W/m.k)
8	Ekspansi Termal	5	Coeff. 10^{-6}°C
9	Netron termal	600	(barn)

- e. untuk alat – alat keramik karena tahan temperatur sangat tinggi.
- f. Berbagai macam sifat boron karbida dapat digambarkan secara jelas pada Tabel 2.1.

Boron karbida B_4C memiliki sebutan intan hitam. Strukturnya rhombohedral, Gambar 2.1, mirip dengan struktur sistem kubik yang ditarik diagonal sehingga $a = b = c$ dengan $\alpha = \beta = \gamma$ tetapi sudutnya tidak 90° . Boron karbida B_4C memiliki 12 – *icosahedral* atom yang dihubungkan dengan ikatan kovalen langsung dan melalui tiga rantai atom *intericosahedral* sepanjang diagonal utama dari rhombohedron seperti ditunjukkan Gambar 2.2. Boron karbida B_4C menunjukkan ragam homogenitas yang luas dari $\text{B}_{12-15}\text{C}_{2-85}$ (batas kaya karbon) hingga $\text{B}_{13-65}\text{C}_{135}$ [6]. Cakupan yang luas dari perbandingan B dan C di dalam boron karbida berkaitan dengan penggantian atom boron dengan atom karbon di dalam rantai *intericosahedral* dan *icosahedral*. Struktur boron karbida masih berupa fasa tunggal di seluruh ragamnya [8].



Gambar 2.1. Struktur rhombohedral



Gambar 2.2. Struktur atom B_4C . Atom hitam disebut sisi kutub, terikat dengan *icosahedral* tetangganya. Bentuk atom putih dari heksagon dan terletak pada sisi equator. Atom abu-abu pada rantai, terikat dengan atom equator [8]

2.2 Asam Borat $B(OH)_3$ [9]

Asam borat umumnya berupa *powder* atau bubuk putih. Asam borat merupakan asam lemah yang biasanya dimanfaatkan sebagai antispetik, insektisida, penghambat kebakaran, pengontrol pembelahan uranium pada

Tabel 2.2
Sifat asam borat

Info Umum	
Nama Lain	<i>Orthoboric acid,</i> <i>Boracic acid,</i> <i>Sassolite,</i> <i>Optibor®,</i> <i>Borofax®</i>
Formula molekul	B(OH) ₃
Formula empirik	H ₃ BO ₃
Massa molar	61.832 g/mol
Tampilan	Kristalin padat putih
Properti	
Densitas dan fasa	1.435 g/cm ³ , padat
Kelarutan dalam air	5.7 g/100 ml (25°C)
Titik lebur	169°C <i>decomp.</i>
Keasaman (p <i>K</i> _a)	9.24
Data Termodinamika	
Enthalpi pembentukan standar $\Delta_f H^\circ_{\text{solid}}$	-1093.99 kJ/mol
Entropi molar standar S°_{solid}	88.7 J.K ⁻¹ .mol ⁻¹
Bentuk Termodinamika	Padat, cair, gas
Kondisi standar (25°C, 100 kPa)	

pembangkit tenaga nuklir, dan bahan dasar pembuatan campuran kimia lainnya. Karakteristik asam borat ditampilkan pada Tabel.2.2

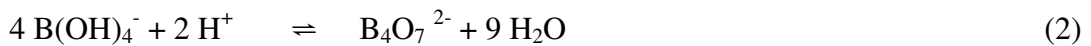
Asam borat dapat larut dalam air mendidih. Ketika dipanaskan di atas suhu 170 °C, asam borat akan mengering atau kehilangan air membentuk asam metaborat HBO₂. Asam metaborat berbentuk padatan putih dengan sistim kristalin kubik dan hanya sedikit yang dapat larut dalam air. Titik lebur asam metaborat sekitar 236 °C. Ketika dipanaskan kembali hingga lebih dari 300°C, maka asam metaborat ini akan mengering atau kehilangan air kembali dan membentuk asam tetraborat atau asam piroborat (H₂B₄O₇). Fasa – fasa ini merupakan bentuk perubahan asam borat ketika dipanaskan secara kontinu. Jika terus dipanaskan, maka akan terbentuk asam trioksida B₂O₃ dengan mudah.

Asam borat dapat disosiasi dalam larutan air. Tetapi karena keasamannya, asam borat akan berinteraksi dengan molekul air melalui reaksi kimia, yakni



dengan $K_a = 5.8 \times 10^{-10}$ mol/l; $pK_a = 9.24$.

Anion piroborat terbentuk pada pH 7 – 10 jika konsentrasi boron lebih dari 0,025 mol / L. Hal ini diketahui sebagai ion tetraborat yang terdapat dalam mineral borak dengan persamaan reaksinya, yakni



2.3 Karbon [10]

Karbon merupakan unsur kimia yang mempunyai simbol C dan nomor atomik 6. Karbon merupakan unsur bukan logam, tetravalen yang banyak, karbon mempunyai beberapa bentuk allotropik dengan struktur kristal heksagonal sifat – sifat dari karbon dapat dijelaskan pada Tabel 2.3.

Karbon diketahui membentuk hampir sepuluh juta ikatan kimia [11]. Karbon membentuk asas disemua kehidupan diantaranya:

- a. Intan, struktur setiap atom terikat berbentuk tetrahedral membentuk jaringan 3 dimensi atom dan enam cincin persegi
- b. Grafit, struktur setiap atom terikat pada tiga atom lain. Grafit membentuk jaringan 2 dimensi digunakan dalam pensil
- c. Karbon amorphus, struktur gabungan molekul karbon berbentuk seperti kaca
- d. Tabung nano karbon, struktur setiap karbon terikat tiga segitiga dalam helaian melengkung yang membentuk silinder berlubang.

Karbon terdapat dalam semua kehidupan dan merupakan kimia organik. Karbon mampu mengikat dirinya dan banyak unsur lain. Karbon merupakan unsur yang memiliki sifat paradoks, yakni bersifat paling lembut pada grafit dan paling keras pada intan. Karbon mempunyai kecenderungan membentuk ikatan kimia dengan atom kecil yang lain, karena memiliki ukuran yang sangat kecil. Karbon secara termodinamika sangat mudah teroksidasi.

Tabel 2.3
Sifat-sifat fisik karbon

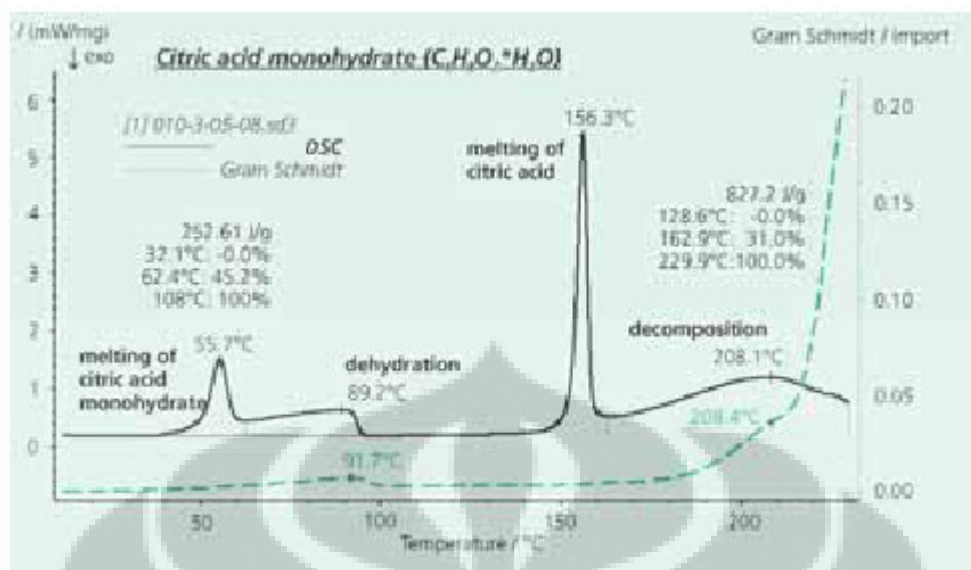
Info Umum	
Nama, Simbol, Nomer	karbon, C, 6
Seri kimia	non metal
Grup, periode, blok	14, 2, p
Massa atomik standar	12.0107(8) g.mol ⁻¹
Konfigurasi elektron	1s ² 2s ² 2p ²
Elektron per <i>shell</i>	2, 4
Properti fisik	
Fasa	padat
Densitas (<i>near r.t</i>)	(<i>graphite</i>) 1.9-2.3 g.cm ⁻³
	(<i>diamond</i>) 3.5-3.53 g.cm ⁻³
	(<i>fullerene</i>) 1.69 g.cm ⁻³
Kapasitas panas	(25 °C) (<i>graphite</i>) 8.517 J.mol ⁻¹ .K ⁻¹
	(25 °C) (<i>diamond</i>) 6.115 J.mol ⁻¹ .K ⁻¹
Data lain - lain	
Konduktifitas panas	(300 K) (<i>graphite</i>) (80–230) W.m ⁻¹ .K ⁻¹
	(300 K) (<i>diamond</i>) (900–2320) W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Difusi panas	(300 K) (<i>diamond</i>) (503–1300) mm ² /s
Kekerasan skala Mohs	(<i>graphite</i>) 1-2
	(<i>diamond</i>) 10.0

2.4 Asam Sitrat C₆H₈O₇ [12]

Pada temperatur ruang asam sitrat berupa *powder* atau bubuk kristalin putih. Wujudnya dapat berupa *anhydrous* (bebas air) atau *monohydrate*. Bentuk *anhydrous* dikristalisasi dari asam sitrat menggunakan air panas tetapi sebaliknya bentuk *monohydrate* menggunakan air dingin. Bentuk *monohydrate* dapat dikonversi ke bentuk *anhydrous* dengan memanaskannya hingga di atas 74 °C. Asam sitrat terlarut (*dissolves*) dalam bentuk etanol (*anhydrous*) yang absolut (76 bagian dari asam sitrat per 100 bagian dari etanol) pada suhu 15 °C.

Struktur kimia asam sitrat berbagi properti dari asam karbosiklik lain. Ketika dipanaskan di atas 175 °C, asam sitrat mengalami dekomposisi dengan kehilangan karbondioksida dan air.

Saat mereaksikan asam sitrat kering maupun larutan yang berkonsentrasi asam sitrat, maka bila terkena mata atau kulit akan mengakibatkan iritasi. Bila kontak terlalu dekat dengan mata akan menimbulkan sedikit sensasi terbakar bahkan kehilangan penglihatan. Selain mata, rambut juga dapat rusak bila terkena asam sitrat berkonsentrasi tinggi. Karena itu, sebaiknya menggunakan pakaian



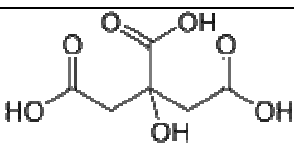
Gambar 2.3 Hasil analisis DSC – FTIR asam sitrat *monohydrate*

pelindung saat mereaksikannya. Pengkonsumsian asam sitrat yang berlebihan akan mengakibatkan lapisan email gigi terkikis.

Asam sitrat berkarakter menyerap kelembaban. Untuk mengkarakterisainya secara komprehensif dikembangkan metode gabungan FTIR – MS (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy – Mass Spectrometry*). Dengan gabungan kedua metode ini hasilnya tidak hanya dapat menentukan massa yang mana dari sampel mengalami perubahan terhadap suatu temperatur tetapi juga perkembangan komposisi dapat ditentukan. Hal ini menjadi kemudahan untuk memperluas informasi yang dapat diketahui dengan penggabungan beberapa metode dalam analisis moderen.

Pada Gambar 2.3 dijelaskan hasil analisis FTIR – DSC menunjukkan bahwa pada kisaran 30 °C – 100 °C dua kurva efek endotermal saling tumpang tindih (*overlapping*) yang ditunjukkan oleh garis hitam [13]. Berdasarkan literatur, titik lebur asam sitrat *monohydrate* menunjukkan kristal air. Hasil eksperimen menunjukkan tidak ada perubahan komposisi sampai menuju titik akhir dari titik lebur. Pada titik ini, intensitas IR (*Infra Red*) yang terdeteksi secara perlahan mulai meningkat pada saat pelepasan ikatan terjadi. Peak endotermal pada temperatur 156 °C disebabkan oleh peleburan asam sitrat *anhydrous*. Segera setelah kejadian itu, mulai terjadi dekomposisi yang menunjukkan peningkatan

Tabel 2.4
Sifat-sifat fisik asam sitrat [10]

Info Umum	
	
Nama Lain	3-hydroxypentanedioic acid-3-carboxylic acid Hydrogen citrate
Formula molekul	$C_6H_8O_7$
Massa molar	192,123 g/mol (anhydrous) 210,14 g/mol (monohydrate)
Tampilan	Kristalin padat putih
Properti	
Densitas dan fasa	1,665 g/cm ³
Kelarutan dalam air	133 g/100 ml (20°C)
Titik lebur	153 °C
Keasaman (pK _a)	pK _{a1} =3.15 pK _{a2} =4.77 pK _{a3} =6.40
Kondisi standar (25°C, 100 kPa)	

intensitas IR yang kuat terdeteksi oleh pita penyerapan. Karakteristik lain pada asam sitrat ditunjukkan pada Tabel 2.4.

2.5 Proses Sintesa Boron Karbida

Ridgway pada 1934 dalam penelitiannya menemukan rhombohedral boron karbida B₄C sebagai fasa tunggal. Karakteristik boron karbida B₄C ini begitu menarik diantaranya sangat keras dan sangat ringan. Bubuk boron karbida B₄C dapat diproduksi dengan berbagai metode. Berbagai penelitian selanjutnya berupaya memperbaiki metode produksi boron karbida B₄C ini dan diantaranya akan dijelaskan berikut ini.

2.5.1 Sintesa Boron Karbida Dengan Metode Reduksi Karbothermik Dengan Material Berbentuk Gel

Bubuk boron karbida B₄C diproduksi dengan metode reduksi karbothermik dengan bahan dasar asam borat dan asam sitrat yang berbentuk gel [1]. Asam borat 99,9% murni dan asam sitrat 99,5% digunakan sebagai *precursor* bahan

dasar unsur boron dan karbon. Keduanya dicampur pada air destilasi dengan massa total 10 gr dengan perbandingan molar 12:7 dan larutan ini dipanaskan dengan oven pada temperatur 100 °C selama 3 jam. Larutan ini akan berubah warna menjadi kuning keemasan berbentuk gel yang lama kelamaan mengeras dan hancur berbentuk bubuk kemudian dilakukan proses pirolisis atau dekomposisi kimia.

Analisis reaksi disosiasi dijelaskan sebagai berikut

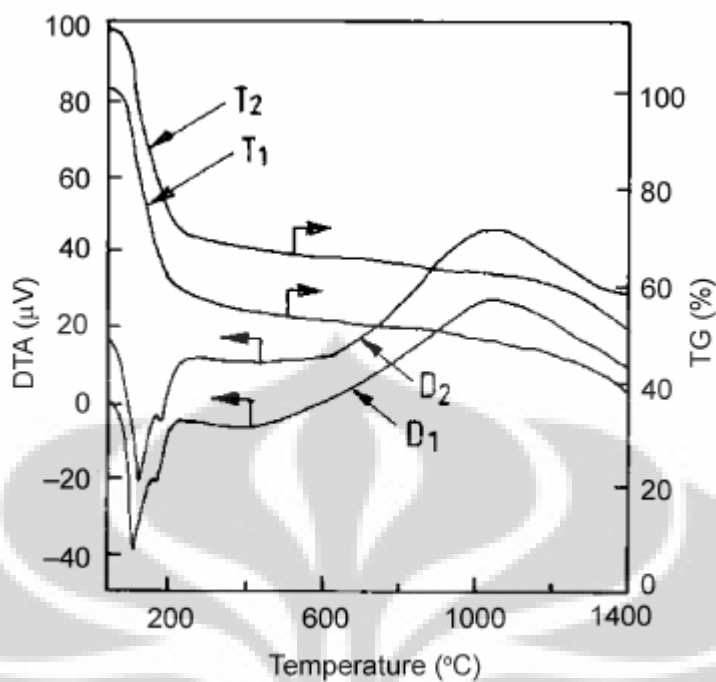


Dengan pola ini keberadaan munculnya B_2O_3 sebagai fasa utama dengan B_4C sebagai fasa minor dari material gel yang dipirolisis dari kisaran 1000 – 1400 °C. Perbandingan awal molar, yakni 12 : 7 dari asam borat dengan asam sitrat sebanding dengan perbandingan molar 2:7 dari B_2O_3 dan C. Keseluruhan reaksi pirolisis material gel dapat ditulis menjadi

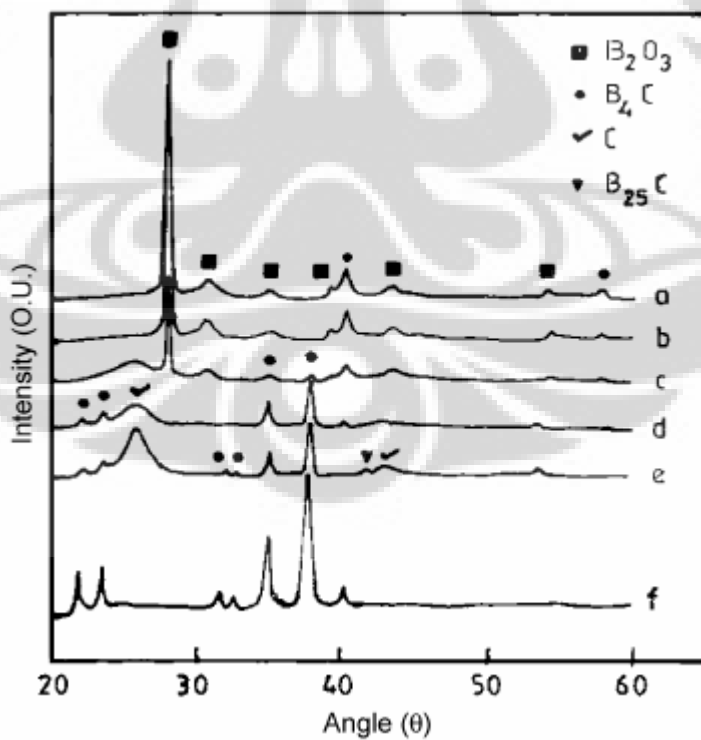


Bubuk yang hancur dari gel ini selanjutnya di uji DTA/TG (*Differential Thermal Analysis* dan *Thermogravimetric Analysis*) mulai dari temperatur ruang hingga 1400 °C. Dalam pengujian DTA/TG ini digunakan argon dengan kenaikan per sepuluh dengan kondisi pemanasan 20 °C/menit. Massa bubuk yang hancur tersebut selanjutnya dilakukan *pyrolysis* pada temperatur 1000 – 1800 °C menggunakan *furnace* yang dialiri gas argon. Hasil eksperimen DTA/TG ditunjukkan pada Gambar 2.4. Hasil *pyrolysis* ini dianalisis fasa yang terbentuk dengan XRD.

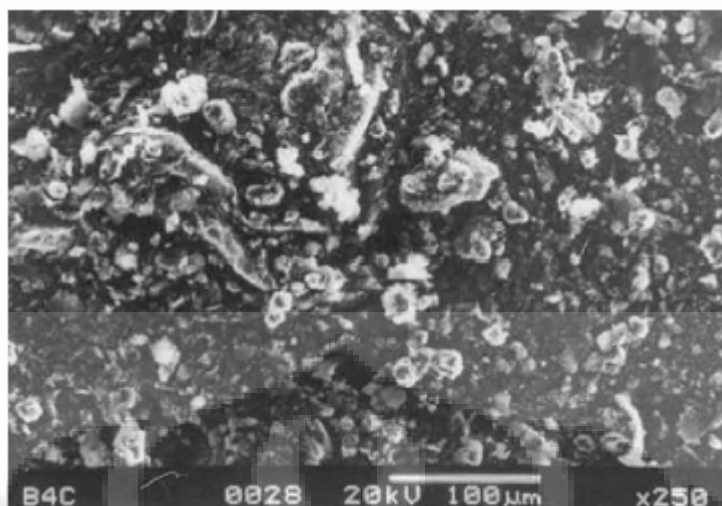
Bubuk *pyrolysis* ini hasilnya berwarna hitam dan sebagian karbon yang tidak tereaksi kemudian dibakar kembali pada temperatur 600 °C selama 2 jam. Pembakaran ini bertujuan untuk memurnikan produk B_4C hasil pembakaran 1000 – 1800 °C. Hasil pemurnian ini kemudian di karakterisasi kembali dengan XRD. Hasil pengujian sampel dengan XRD ditunjukkan pada Gambar 2.5. Morfologi dari bubuk yang telah dimurnikan ini dianalisis dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Hasil pengujian SEM ditunjukkan pada Gambar 2.6.



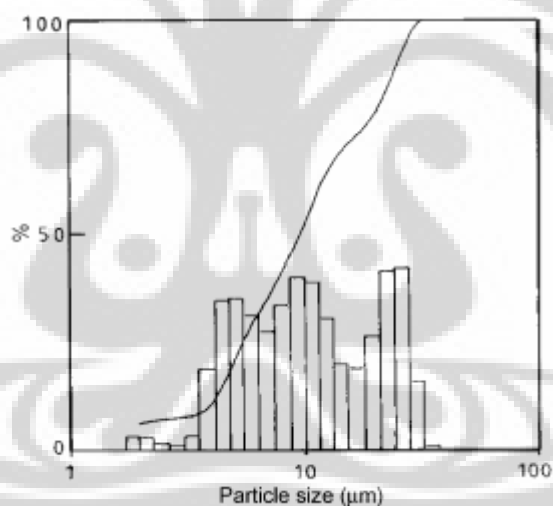
Gambar 2.4 Plot DTA/TG dari material gel: D₁, D₂ merupakan DTA pada kenaikan 10, 20 °C/min dan T₁, T₂ merupakan data TG kenaikan 10, 20 °C/min



Gambar 2.5 Pola XRD dari material gel yang dipyrolysis pada temperatur yang berbeda, yakni a. 1000 °C, b. 1200 °C, c. 1400 °C, d. 1600 °C, e. 1800 °C dan f. setelah penghilangan karbon (pembakaran pada 600 °C)



Gambar 2.6 Data SEM temperatur 1600 °C pada bubuk yang dipirolis setelah dimurnikan



Gambar 2.7 Distribusi ukuran partikel pada bubuk yang telah dipyrolisasi pada 1600 °C dan telah dimurnikan

Distribusi ukuran partikel produk ini ditentukan dengan pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*) menggunakan teknik hamburan laser. Hasil pengujian untuk menentukan ukuran butiran ditunjukkan pada Gambar 2.7.

2.5.2 Sintesa Boron Karbida Dengan Metode LCVD Pada Lapisan Tipis yang Memvariasikan Karbon

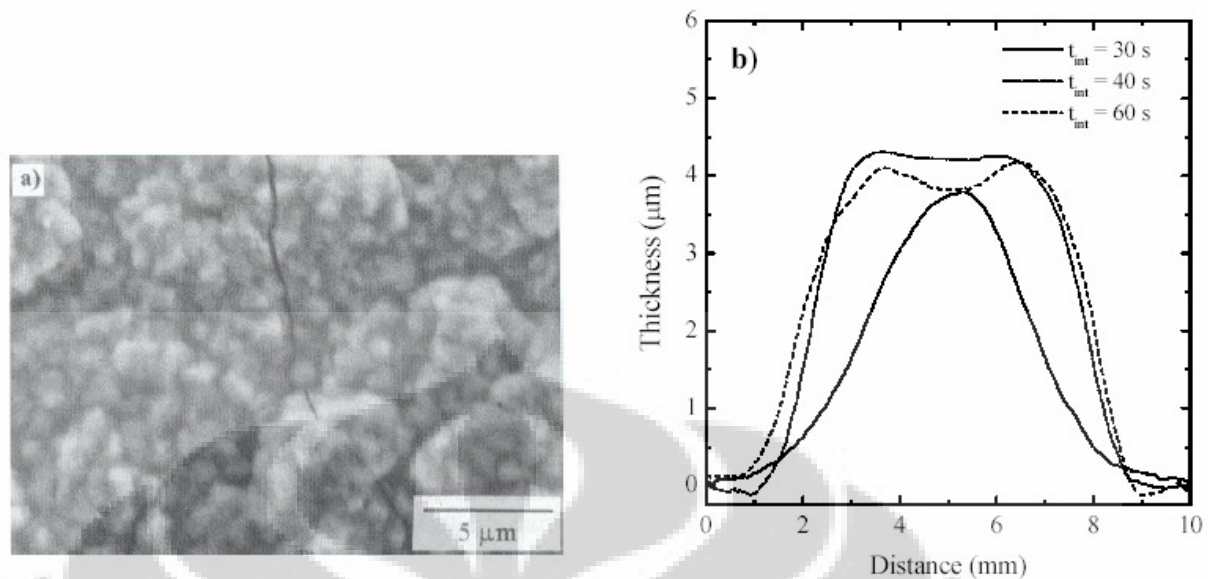
Pada metode ini lapisan boron karbida didoposisikan di atas substrat silika dengan menggunakan sinar laser CO₂ sebagai sumber panas dan campuran gas dinamik BCl₃, CH₄ dan H₂ [14]. Laser CO₂ dioperasikan dalam mode cw TEM₀₀ pada sebuah panjang gelombang 10,6 μm dan menumbuk pada sudut datang permukaan substrat dengan diameter 13 mm. Tidak ada lensa pemfokus yang digunakan sebab silika dapat menyerap sekitar 84% dari radiasi laser. Reaktor dipompa ke tekanan dasar hingga tidak kurang dari 2x10⁶ Torr sebelum memasukkan campuran rekasi gas yang terdiri dari BCl₃ (kemurnian 99,99%), CH₄ (kemurnian 99,9995%), H₂ (kemurnian 99,9995%), dan Ar (kemurnian 99,9995%). Pengontrol aliran mass mengatur aliran rata – rata reaktan dengan kondisi tekanan total diukur dengan manometer kapasitas dan dijaga konstan oleh batang katup pengontrol. Media lempeng berupa silika berdimensi 15x15x2 mm³ digunakan sebagai substrat. Substrat ini dibersihkan dengan dengan aseton dan etanol lebih dulu untuk penyisipan dalam reaktor.

Karena substrat – substrat tersebut selalu dijaga stasioner pada saat irradiasi laser, maka variasi eksperimental dibuat sesuai daya keluaran laser (P), waktu interaksi (t_{int}), total tekanan (P_t) rata – rata aliran parsial masing – masing gas (φ_i). Pada penelitian ini, total tekanan, fluks hidrogen dan fluks argon, dijaga konstan pada 100 Torr (1,33x10⁴ Pa), masing – masing 200 sccm dan 430 sccm. Parameter eksperimental lainnya ditampilkan dalam Tabel 2.5 berikut ini.

Tabel. 2.5

Parameter proses pembuatan lapisan boron karbida dengan metode LCVD

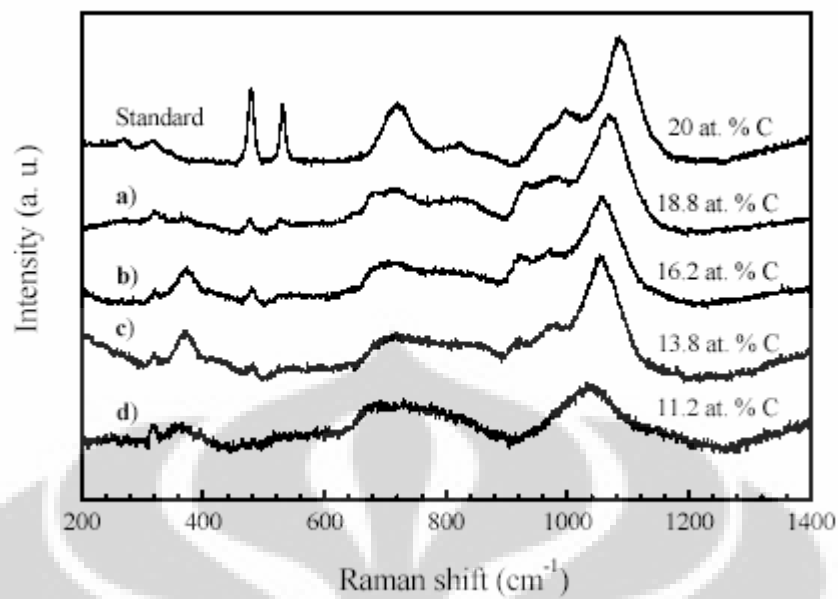
Parameter Eksperimental	Nilai Kisaran
Daya keluaran laser (W)	125 – 175
Waktu interaksi (s)	30. – 90
Fluks parsial dari BCl ₃ (sccm)	34 – 40
Fluks parsial dari CH ₄ (sccm)	7.2 – 14



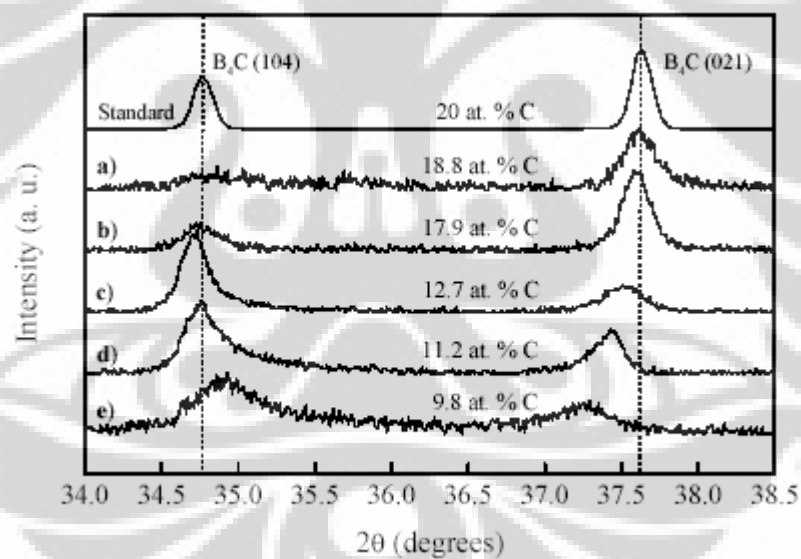
Gambar 2.8 a). Deskripsi mikrograph SEM pada lapisan yang dideposisi dengan $\phi=0,25$, $P=150$ W dan $t_{int}=30$ s
 b). Profil lapisan yang dideposisi dengan $\phi=0,25$, $P=150$ W dan perbedaan waktu interaksi

Jumlah relatif dari *precursor* karbon dan boron dalam lingkungan reaktif dapat dikarakterisasi dengan dengan parameter $\phi = \phi_{CH_4} / (\phi_{CH_4} + \phi_{BCl_3})$. Dalam hal ini nilai ϕ berkisar antara 0,15 dan 0,29 dengan harapan dapat mencapai deposit yang homogen dari B_4C seperti telah dilaporkan dalam penelitian sebelumnya [15][16]. Profil ketebalan dicapai dengan *profilometry* optik dan mikrostrukturnya diuji dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) pada Gambar 2.8.

Analisis kimia kuantitatif ditunjukkan dengan EPMA (*Electron Probe Microanalysis*) pada Gambar 2.9. Analisis strukturnya dilakukan dengan *micro-Raman spectrometer* (laser Ar^+ , 488 nm *excitation line*) dan GIXRD (*Glancing Incidences X-ray Diffractometer*) pada Gambar 2.10 menggunakan radiasi $CuK\alpha$ untuk menentukan parameter kisi. Penelitian ini menghasilkan lapisan B_4C polikristalin. Konstanta kisi kristal rhombohedral-hexagonal boron karbida ini diplot sebagai fungsi kandungan karbon dan kondisi perilaku yang non linear diinterpretasikan pada kondisi dasar struktur boron karbida yang kompleks.



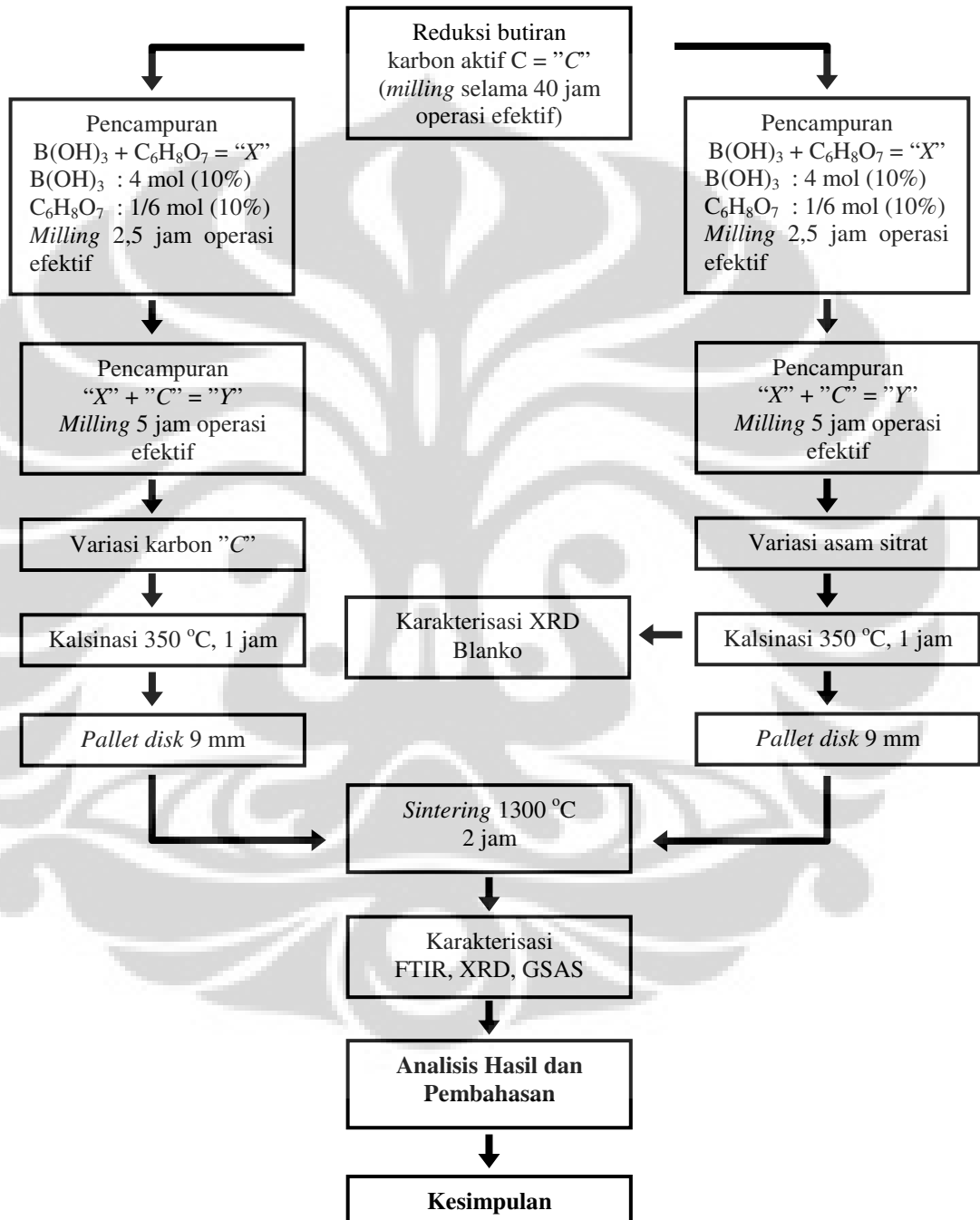
Gambar 2.9 Spektra Raman dari lapisan boron karbida dengan perbedaan kandungan karbon yang diukur dengan EPMA



Gambar 2.10 Spektra GIXRD dari lapisan boron karbida dengan perbedaan kandungan karbon yang diukur dengan EPMA

Bab 3 Metode Penelitian

3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Dasar Pemikiran Formulasi

Dasar pemikiran formulasi kimia pada penelitian ini, yakni asumsi stokiometri sebagai berikut



Munculnya CO sebagai hasil reaksi tentunya akan mengurangi pembentukan B₄C. Untuk itu, perlu ditambahkan fasa baru berupa asam sitrat yang diasumsikan berfungsi sebagai *precursor* karbon yang akan membentuk CO. Jumlah zat CO sebanyak 6 mol ini diupayakan serendah mungkin menjadi 1 mol CO. Hal ini berarti, penambahan asam sitrat sebanyak 1/6 dari mol CO. Dengan pemikiran ini diharapkan 6 mol CO dapat disubstitusi menjadi 1 mol CO saja yang didapat dari penambahan asam sitrat. Dissosiasi asam sitrat, yakni



Stokiometri (1) di atas setelah ditambahkan asam sitrat selanjutnya asumsi stokiometrinya menjadi



Pada asumsi jumlah zat (mol) reaksi ini dilakukan pengukuran 10 % mol karena keterbatasan volume *diskmill*. Asumsi stokiometri (3) ini merupakan persamaan dasar sampel (blanko) sebelum dilakukan variasi penambahan karbon saja atau asam sitrat saja. Adapun maksud dan tujuan dilakukan variasi penambahan tersebut untuk mengetahui optimalisasi precursor karbon yang membentuk B₄C apakah dari karbon atau dari asam sitrat. Penambahan karbon dari stokiometri (3) tidak lebih dari 1 mol, yakni 0,2 mol; 0,4 mol; 0,6 mol; dan 0,8 mol. Sedangkan penambahan asam sitrat dilakukan dengan variasi sebanyak 1/2X, 1X, 1 1/2X, dan 2X dari penambahan 1/6 Mr. asam sitrat.

3.3 Karakterisasi Bahan dan Alat

Bahan utama penelitian ini terdiri dari asam borat H₃BO₃ teknis., karbon aktif (C) p.a. dan asam sitrat C₆H₈O₇ p.a. Preparasi sampel menggunakan peralatan:

1. Peralatan untuk preparasi sampel:
 - a. Mesin *milling* berupa *High Energy Vibrator Diksmill*, Kawasaki 3200 rpm, amplitudo 10 – 13 mm, 320 Volt
 - b. *Ballmill* dari bahan baja dengan diameter dalam 17 cm serta kedalaman 4 cm dan berisi 9 bola besi berdiameter 2 cm
 - c. *Dice* baja berukuran diameter 0,9 cm sebagai *pallet* sampel – sampel
 - d. Proses penimbangan bahan *precursor* dilakukan dengan menggunakan neraca analitis digital
 - e. Proses kalsinasi menggunakan *electric furnace* tipe New Vulcan 6000
 - f. Proses *sintering* dilakukan pada temperatur 1300 °C selama 2 jam menggunakan *electric furnace* tipe Thermolyne 46100

2. Karakterisasi dengan menggunakan alat-alat:
 - a. Analisa fasa dan struktur kristal dengan menggunakan alat XRD (*X-Ray Diffractometer*). Pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan *diffractometer* sinar-X (PHILLIPS PW 3710/40kV)
 - b. Analisis ikatan kimia dengan FTIR (*Fourier Transformation Infra Red*) tipe Ati Mattson 1001 Fourier Drive Madison, Wi 537171 USA.

3.4 Proses Persiapan Sampel

Proses *precursor* pada penelitian ini, yakni:

- a. *Milling* karbon aktif "C" p.a. ukuran butiran orde mikro menggunakan mesin *milling* Kawasaki selama 40 jam pengoperasian efektif dengan kondisi *work : rest*, yakni 1 : 1 sehingga total waktu operasi *milling* dibutuhkan 80 jam
- b. *Milling* $B(OH)_3 + C_6H_8O_7 = "X"$ atau "Y" dengan perbandingan dalam mol, yaitu 4 : 1/6 mol dengan tujuan agar proses pencampuran hasilnya merata baik. *Milling* dilakukan selama 2,5 jam pengoperasian efektif dengan kondisi

work : rest, yakni 1:1 sehingga total waktu operasi milling yang dibutuhkan, yakni 5 jam

Untuk mengetahui massa masing-masing sampel, maka mol bahan dasar dikonversi ke dalam massa (gram). Konversi dari mol ke gram masing-masing sampel ditentukan dari berat molekulnya

- i. Asam borat $B(OH)_3$ berat molekul = 61.832 g/mol
- ii. Asam sitrat $C_6H_8O_7$ berat molekul = 192.123 g/mol
- iii. Karbon aktif C berat molekul = 12,2 gram/mol
- iv. Kemudian komposisi dibuat berdasarkan mol dan berat molekul yang diketahui dengan persamaan

$$gram = mol \times berat\ molekul \quad (3.1)$$

sehingga $B(OH)_3 + C_6H_8O_7$ dengan perbandingan mol 4 : 1/6 dengan jumlah kandungan masing – masing 10 %, maka

massa H_3BO_3 = berat molekul x mol = 61,832 x 0,4 = 24,8 gram

massa $C_6H_8O_7$ = berat molekul x mol = 192.123 x 0,018 = 3,5 gram

Jadi, perbandingan massa $H_3BO_3 : C_6H_8O_7 = 24,8 : 3.5$ gram

- c. *Milling "X" + "C"* dilakukan dengan tujuan agar proses pencampuran hasilnya merata baik. Proses ini dikerjakan selama 5 jam pengoperasian efektif mesin *miling* dengan kondisi *work : rest*, yakni 1 : 1 sehingga total waktu operasi *milling* yang dibutuhkan, yakni 10 jam
- d. Hasil "Y" selanjutnya divariasikan dengan karbon 0,2 mol, 0,4 mol, 0,6 mol, dan 0,8 mol dari "C" sehingga didapat penambahan massa karbon, yakni 2,4 gr, 4,8 gr, 7,2 gr dan 9,6 gr. Proses pencampuran dilakukan secara manual menggunakan mortar berdiameter 10 cm
- e. Hasil "Y" selanjutnya juga divariasikan juga dengan asam sitrat dengan perbandingan

$$\frac{\text{berat molekul}_{\text{asam sitrat}}}{6} \times 0,1 \times "Z" \quad (3.2)$$

dengan asam sitrat bervariasi $\frac{1}{2}X$, $1X$, $\frac{1}{2}X$ dan $2X$ dari $10\% \times \frac{1}{6} Mr.$ asam sitrat sehingga didapat penambahan massa asam sitrat, yakni 1,75 gr, 3,5 gr,

5,25 gr dan 7 gr. Proses pencampuran dilakukan secara manual menggunakan mortar berdiameter 10 cm

- f. Hasil penambahan kedua variasi ini selanjutnya dikalsinasi 350 °C. Proses kalsinasi dilakukan dengan kenaikan temperatur 50 °C permenit. Ketika suhu mencapai temperatur 350 °C kondisi ini dijaga selama 1 jam. Selanjutnya temperatur diturunkan 50 °C permenit hingga suhu ruang.
- g. Setelah dikalsinasi sampel dimasukkan dalam *dice* agar bisa dilakukan pembakaran yang menggunakan tabung kuarsa
- h. Selama proses pencampuran dengan *milling* tentunya ada sebagian massa yang hilang akibat menempel pada dinding *bawlmill* atau terlepas ke udara karena ukuran butirannya makin kecil. Untuk itu, semua perbandingan penambahan masing – masing unsur atau senyawa harus tetap. Dengan demikian diperoleh perumusannya, yakni

$$\text{penambahan massa riil} = \frac{\text{massa riil hasil miling}}{\text{massa kalkulasi ideal}} \times \text{massa penambahan kalkulasi} \quad (3.3)$$

Sebagai contoh apabila didapati "Y" hasil riil *miling* sebanyak 38 gr sedangkan semestinya 40,5 gr, maka penambahan 0,2 mol C atau 2,4 gr sesungguhnya massa riil yang ditambahkan, yakni

$$\frac{38 \text{ gr}}{40,5 \text{ gr}} \times 2,4 = 2,25 \text{ gr} . \quad (3.4)$$

Hal ini berlaku untuk semua proses dimulai dari "X".

3.5 Proses Pembakaran

Sebelum proses *sintering* (pembakaran) berlangsung bahan dibuat bentuk *pallet* dahulu lalu dimasukkan dalam tabung kuarsa berdiameter dalam 1,3 cm. Selanjutnya sampel yang ada di dalam tabung kuarsa ini dikondisikan vakuum tanpa ada kandungan udara. Hal ini dilakukan dengan cara *flushing* menggunakan argon sebanyak 5 kali hingga tekanan mencapai 0 atau mendekati nol. Hal ini

dilakukan mengingat karbon akan berinteraksi dengan udara pada suhu 400 °C menghasilkan CO. Selanjutnya proses *sintering* dilakukan dengan temperatur 1300 °C selama 2 jam untuk semua sampel pada waktu bersamaan.

3.6 Karakterisasi

3.6.1 Analisis Fasa Dengan XRD

Analisis fasa dan pengukuran pola difraksi dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) tipe PHILLIPS PW 3710/40kV dengan kondisi alat sebagai berikut:

- a. Sumber : $\text{CoK}\alpha$
- b. Panjang gelombang 1,78896 Å
- c. Tegangan : 40 kV
- d. Arus : 30 mA
- e. Kecepatan cacah : 0,5/detik
- f. Jenis cacah : cacah kontiniu
- g. Sudut 2θ : $20^\circ - 90^\circ$

3.6.2 Analisis Fasa Dengan GSAS

Data yang diperoleh dari XRD selanjutnya dikonversi dari ekstensi *file* RD menjadi UDF dengan *software* PC APD. Dengan *software* Bella Versi 2.12 *file* ekstensi UDF dikonversi lagi menjadi RAW agar dapat dianalisa fasa yang terbentuk. Kemudian *file* ekstensi RAW ini dianalisis menggunakan *software* GSAS (*General Structure Analysis System*) untuk membuktikan kemungkinan fasa boron karbida B_4C terbentuk dalam sampel. Perangkat lunak GSAS ini dikembangkan oleh Allen C. Larson dan Robert B. Von Dreele dari Los Alamos National Laboratory, USA dan diinstalasikan dalam sebuah PC Pentium 166 dengan RAM 64 MB.

3.6.3 Analisis Fasa Dengan FTIR

- a. Memasang komputer, FTIR, masing-masing pada sumber listrik 220 Volt.
- b. Menghidupkan komputer dengan OS Windows, kemudian menghidupkan FTIR dan membiarkan FTIR selama ± 15 menit untuk persiapan alat.
- c. Meletakkan sampel pada tempat sampel berbentuk bubuk, maka sampel siap di-*scan* (F1), jika komputer menanyakan nama file maka ketik nama file dan tekan enter. Selanjutnya grafik akan muncul secara otomatis dan dipilih analisis lanjutannya apakah dalam bentuk data *transmittance* atau *absorbance*. Data ini selanjutnya dicetak pada kertas untuk dianalisis atau diolah secara digital.



Bab 4

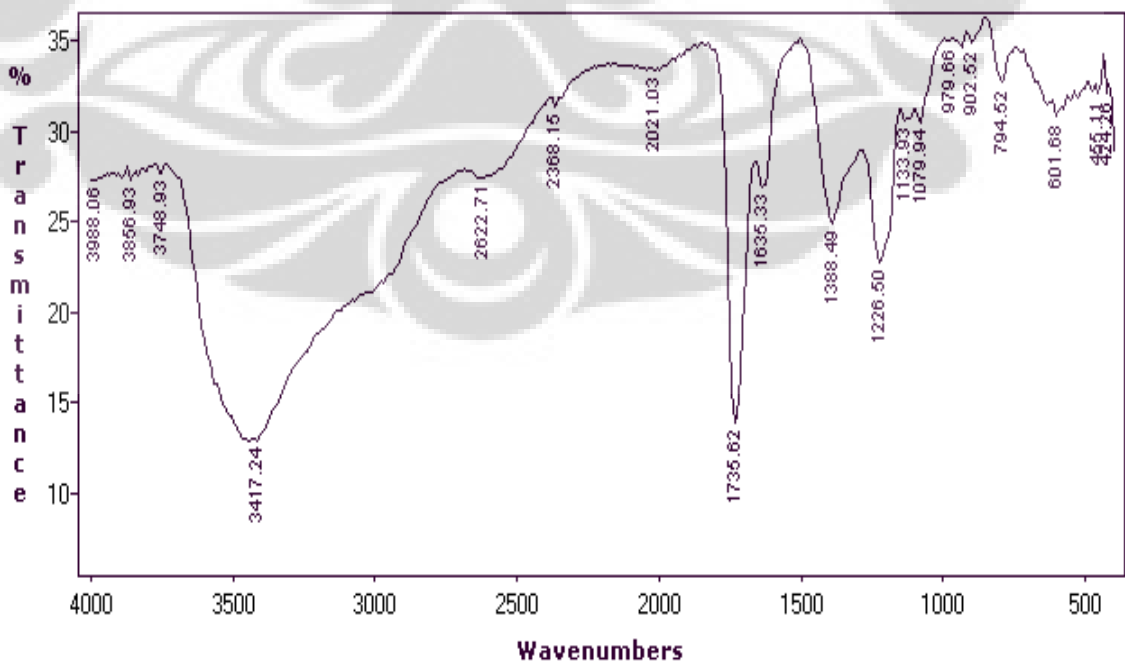
Hasil dan Pembahasan

4.1 Hasil Eksperimen

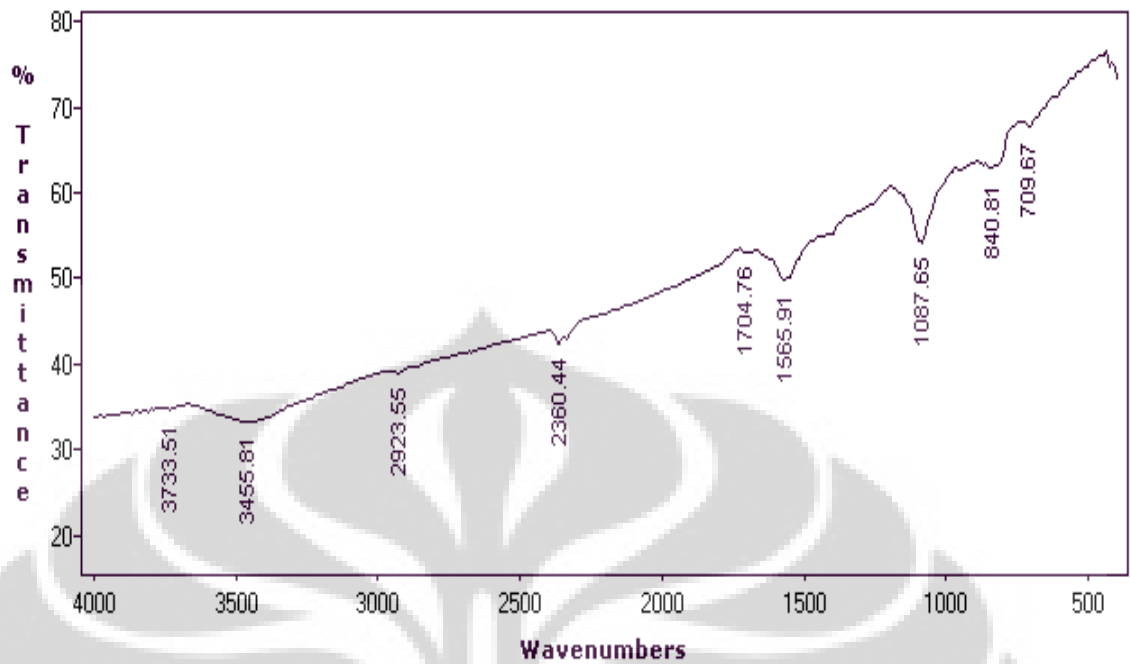
4.1.1 Pola Ikatan Molekul Dengan *Fourier Transformation Infra Red*

Untuk mengetahui apakah pada sampel eksperimen penelitian ini telah terbentuk fasa B₄C atau tidak, maka dilakukan pengujian FTIR. Sebagai referensi material B₄C Aldrich p.a juga diuji FTIR yang dideskripsikan pada Gambar 4.1. Hasilnya diperbandingkan dengan sampel eksperimen baik material dasar tanpa variasi apapun (blanko) juga dengan material yang telah divariasikan. Untuk sampel tanpa variasi (blanko) ditunjukkan pada Gambar 4.2, untuk sampel dengan variasi 10% x 1/2 x 1/6 Mr. asam sitrat ditunjukkan pada Gambar 4.3, dan sampel variasi 0,8 mol C pada Gambar 4.4.

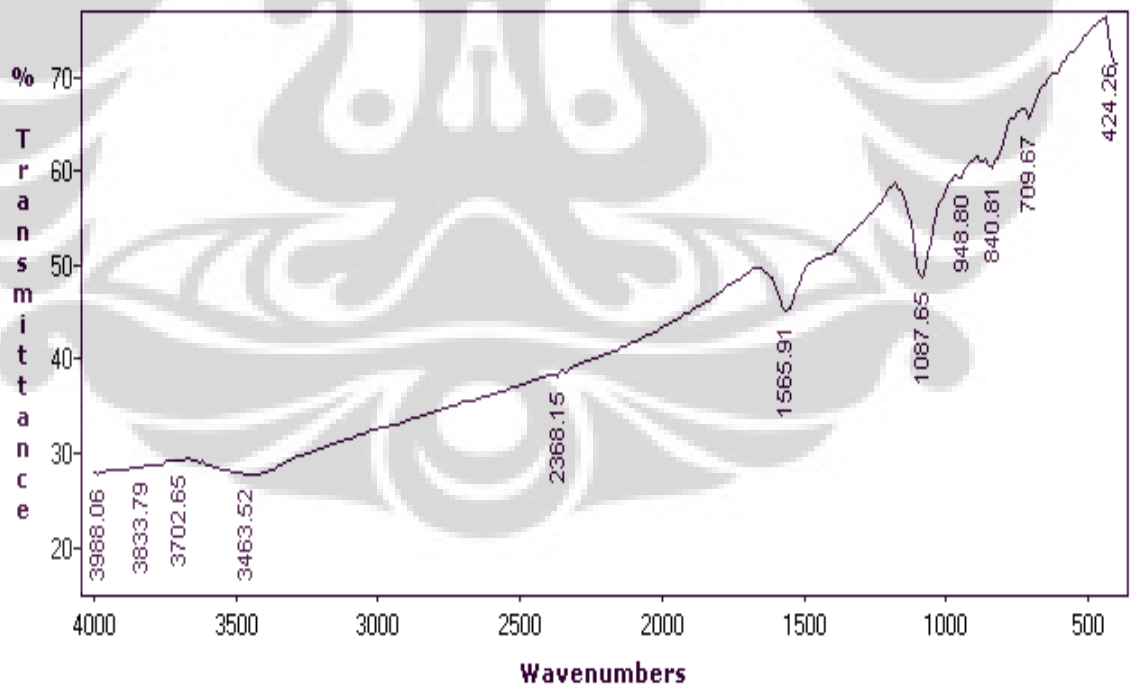
Sampel eksperimen tanpa variasi (blanko), pada Gambar 4.2, terdapat dua titik kemiripan dengan ikatan B – C pada sampel B₄C Aldrich Gambar 4.1. Kemiripan pertama terjadi pada λ 2360,44 Å sedang pada B₄C Aldrich pada λ 2368,15 Å. Kemiripan kedua terjadi pada λ 1087,65 Å sedang pada B₄C Aldrich pada λ 1079,94 Å.



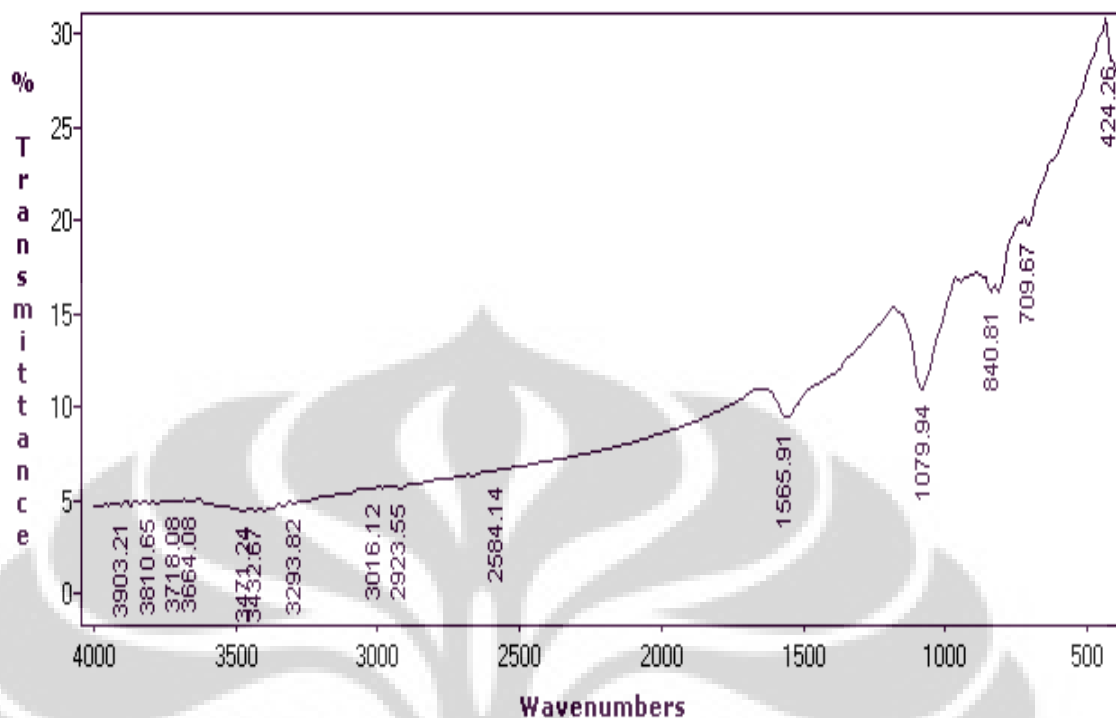
Gambar 4.1 Pola FTIR pada sampel B₄C Aldrich p.a



Gambar 4.2 Pola FTIR pada sampel material dasar tanpa variasi (blanko)



Gambar 4.3 Pola FTIR pada sampel material dasar dengan variasi 10% $\frac{1}{2} \times \frac{1}{6}$ Mr. asam sitrat



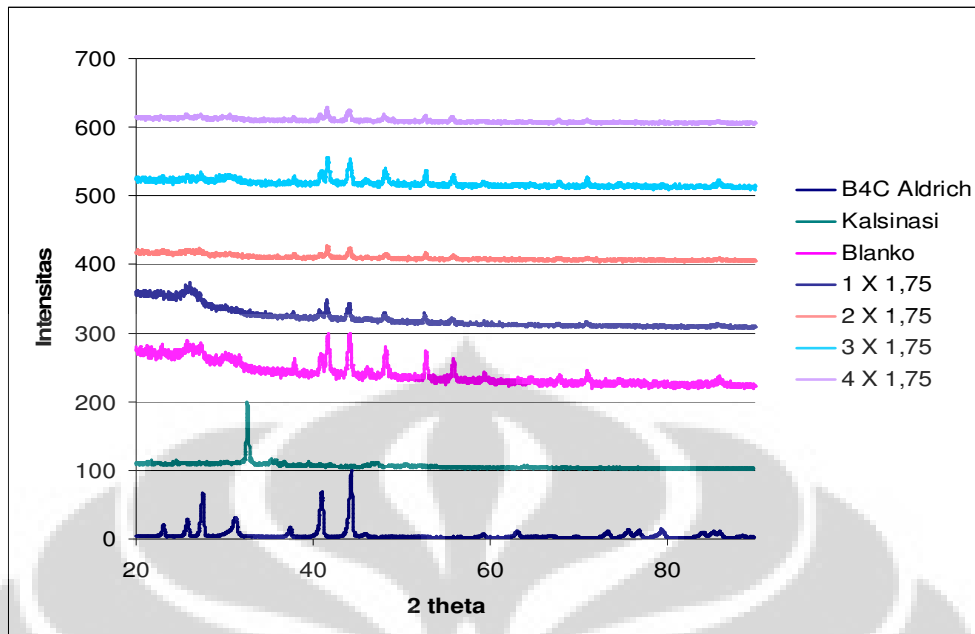
Gambar 4.4 Pola FTIR pada sampel material dasar dengan variasi 0,8 mol karbon aktif

Pada salah satu variasi asam sitrat, pada Gambar 4.3, juga terdapat dua titik kemiripan panjang gelombang yang mengindikasikan terbentuknya ikatan B – C seperti pada B₄C Aldrich Gambar 4.1. Kemiripan pertama terjadi pada λ 2368,15 Å sama persis dengan B₄C Aldrich. Kemiripan kedua terjadi pada λ 1087,65 Å sedang pada B₄C Aldrich p.a pada λ 1079,94 Å.

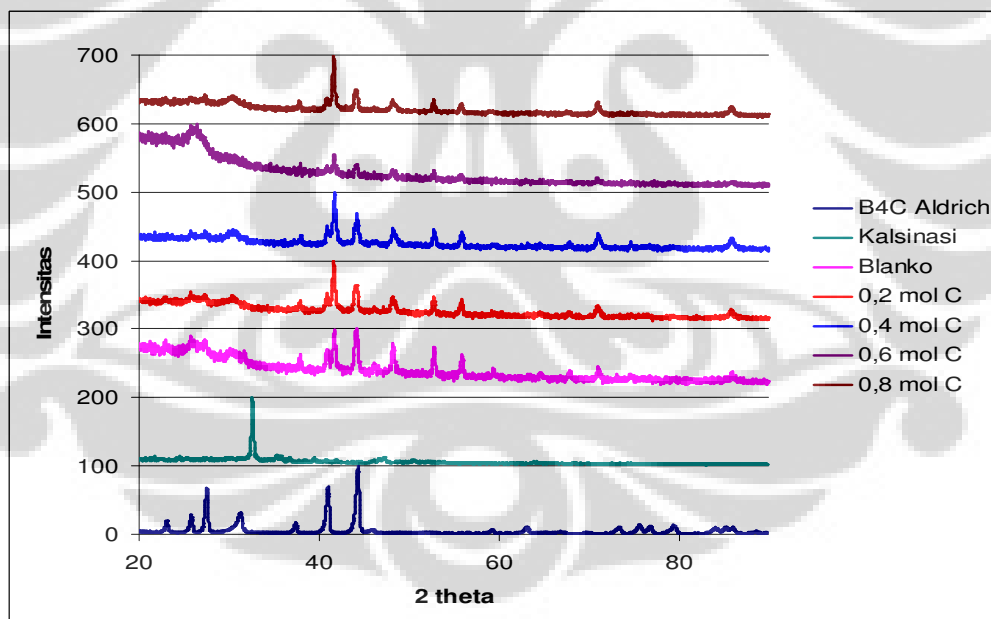
Sedang pada salah satu variasi karbon aktif, pada Gambar 4.4, juga terdapat titik kemiripan panjang gelombang yang mengindikasikan terbentuknya ikatan B – C seperti pada B₄C Aldrich Gambar 4.1. Kemiripan terjadi pada λ 1079,94 Å sama persis dengan B₄C Aldrich.

4.1.2 Pengolahan Data XRD

Sebagai bahan studi dalam setiap tahapan proses eksperimen, yakni kondisi sampel sebelum dan sesudah *sintering*, maka sampel diuji XRD. Data XRD yang diperoleh dari masing – masing sampel ini dibandingkan dengan hasil uji B₄C Aldrich sebagai referensi. Data XRD pencampuran asam borat, asam sitrat



Gambar 4.5 Data XRD perbandingan sampel pada saat kalsinasi (blako tanpa sintering), sampel referensi B₄C Aldrich, sampel dengan variasi asam sitrat [($\frac{1}{2}$, 1, 1 $\frac{1}{2}$ dan 2)]X10%X1/6 Mr. mol]

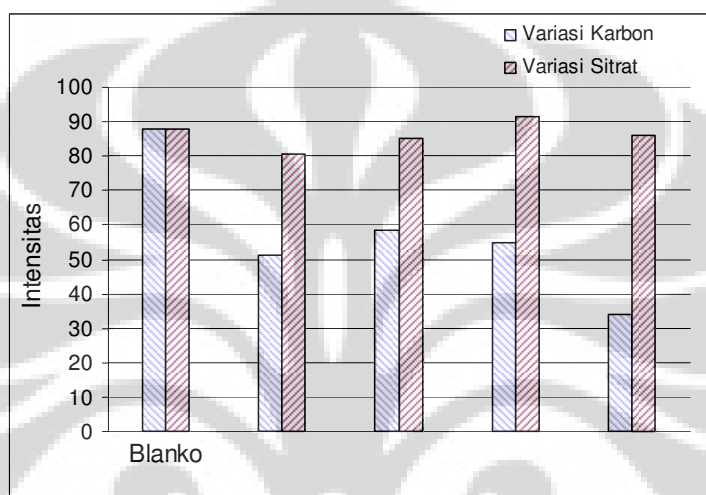


Gambar 4.6 Data XRD perbandingan sampel pada saat kalsinasi (blako tanpa sintering), sampel referensi B₄C Aldrich p.a., sampel dengan variasi 0,2 mol; 0,4 mol; 0,6 mol dan 0,8 mol karbon

dan karbon aktif (blanko) setelah dikalsinasi dan setelah di-*sintering* dengan variasi penambahan karbon atau penambahan asam sitrat ditunjukkan pada Gambar 4.5. dan Gambar 4.6. Secara grafik dapat diduga bahwa baik sampel

Tabel 4.1 Persentase intensitas XRD pada variasi karbon dan variasi asam sitrat berbanding pada sampel tanpa variasi (blanko)

Konsentrasi	Persentase Intensitas Karbon	Persentase Intensitas Sitrat	Konsentrasi
0,2 mol C	51,2	80,5	sitrat ½
0,4 mol C	58,3	85,0	sitrat 1
0,6 mol C	54,6	91,3	sitrat 1½
0,8 mol C	33,8	86,1	sitrat 2
Intensitas Blanko		87,9	



Gambar 4.7 Perbandingan intensitas sampel tanpa variasi (blanko), sampel variasi karbon dan variasi sitrat

blanko maupun sampel variasi penambahan asam sitrat atau karbon telah terbentuk boron karbida B_4C . Tetapi hal ini perlu dibuktikan lebih lanjut menggunakan pengolahan data dengan program GSAS.

Tabel 4.1 menunjukkan perbandingan sampel yang belum dan telah divariasikan dengan karbon aktif ataupun asam sitrat di sekitar sudut $2\theta = 44,196^\circ$. Tabel 4.1 ini selanjutnya direpresentasikan dalam grafik Gambar 4.7. Baik dari Tabel 4.1 ataupun Gambar 4.7 menunjukkan bahwa penambahan asam sitrat, maka intensitas asam sitrat melampaui intensitas sampel yang belum divariasikan (blanko). Pada sudut $2\theta = 44,196^\circ$ ini pergeseran *peak* sampel terhadap data referensi dari *software* ICDD PFPDFWin PDF#750424 merupakan pergeseran *peak* yang terkecil bila dibandingkan di sudut lainnya. Besar pergeseran *peak* $|\Delta 2\theta|$ yang sangat kecil ini berkisar 0,009 – 0,086. Data – data

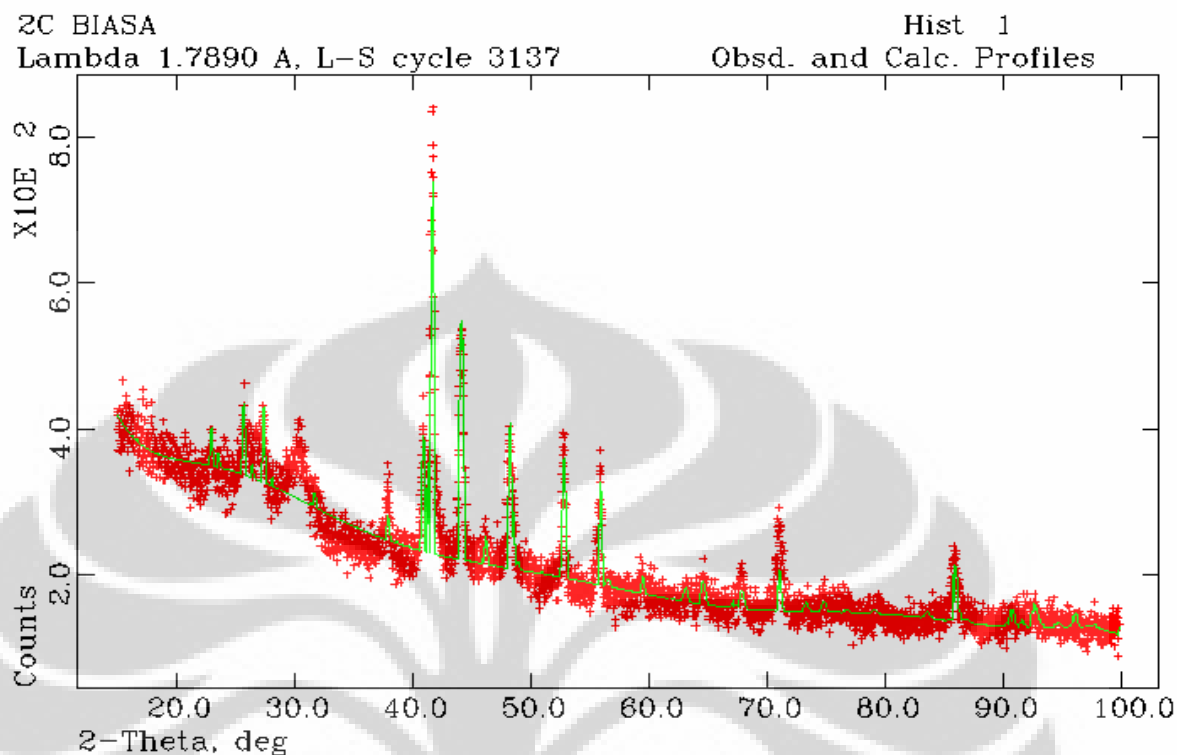
Tabel. 4.2 Resume nilai chi pengolahan GSAS dan pergeseran sudut B₄C eksperimen terhadap referensi ICDD

B ₄ C ICDD	2 θ_n	22,917		40,741		44,196		46,821		59,146		Chi
	hkl	(101)		(104)		(021)		(202)		(211)		
	Int.	78		92		27		27		100		
Sampel	2 θ_1	\Delta2 θ_1	2 θ_2	\Delta2 θ_2	2 θ_3	\Delta2 θ_3	2 θ_4	\Delta2 θ_4	2 θ_5	\Delta2 θ_5		
Blanko	22.960	0,043	40.845	0.104	44.270	0.074	46.190	0.631	59.430	0.284	3.220	
0,2 mol C	22.895	0.022	40.905	0.164	44.225	0.029	46.230	0.591	59.415	0.269	4.473	
0,4 mol C	23.060	0.143	40.920	0.179	44.260	0.064	46.260	0.561	59.495	0.269	3.470	
0,6 mol C	-	-	40.900	0.159	44.165	0.031	-	-	-	-	2.463	
0,8 mol C	22.900	0.017	40.810	0.069	44.205	0.009	46.140	0.681	59.260	0.114	3.168	
Sitrat ½	22.930	0.013	40.785	0.044	44.110	0.086	-	-	-	-	2.989	
Sitrat 1	23.185	0.268	40.880	0.139	44.240	0.044	46.120	0.701	-	-	2.081	
Sitrat 1½	22.950	0.033	40.980	0.239	44.240	0.044	46.125	0.696	59.235	0.089	2.841	
Sitrat 2	22.840	0.077	40.860	0.119	44.130	0.066	-	-	59.190	0.044	2.420	

pengolahan program GSAS dan rincian pada eksperimen berikut pergeseran sudut yang mengindikasikan terbentuknya B₄C dipaparkan pada Tabel 4.2. Dari sampel – sampel yang diuji XRD dan diproses dengan GSAS resumenya ditampilkan pada Table 4.2. Dari tabel ini diketahui bahwa nilai chi dari semua sampel berkisar dari 2,081 – 4,473. Pergeseran *peak* B₄C yang ditampilkan merupakan *peak* di sudut yang intensitasnya di atas 25% berdasarkan referensi Clark, HK, dan Hoard, J.L, ICDD PDF 750424.

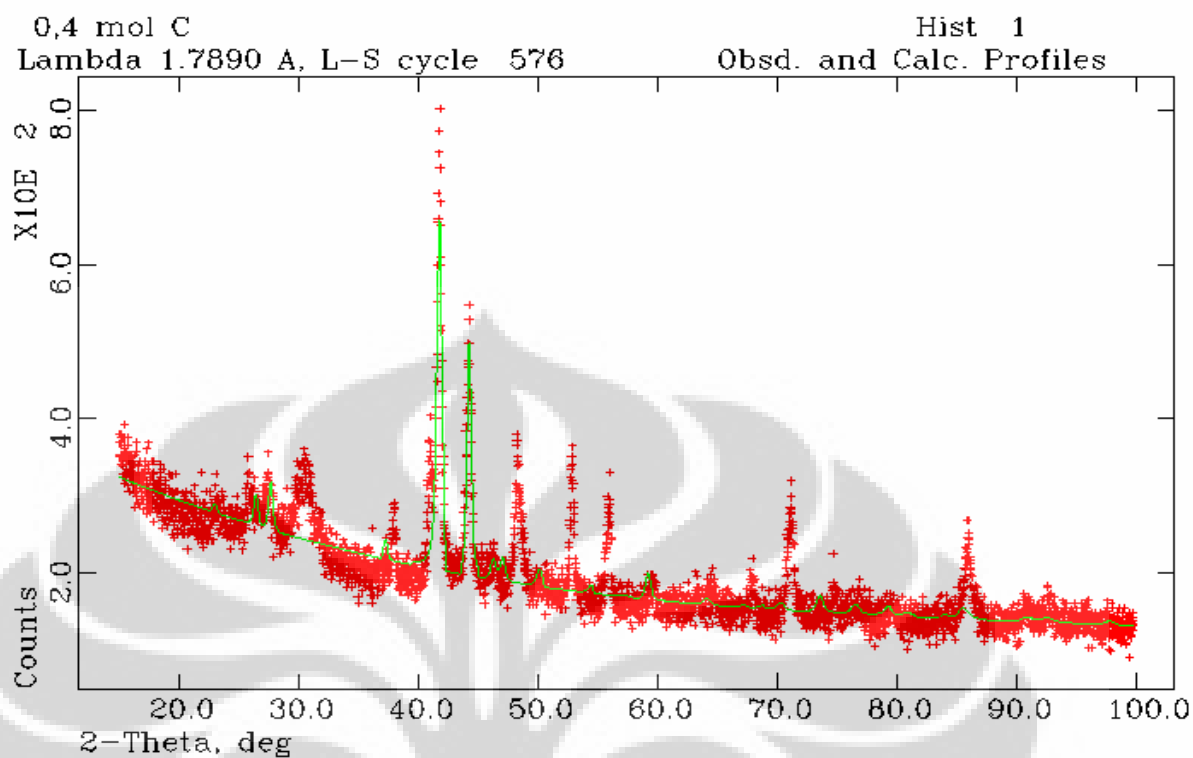
4.1.3 Pengolahan Data GSAS

Pengolahan GSAS pada penelitian ini dibatasi untuk menginvestigasi terbentuk tidaknya fasa B₄C. Meski demikian, dengan pengolahan GSAS diketahui setidaknya terdapat lima buah fasa termasuk B₄C dari eksperimen yang dilakukan. Gambar 4.8 mendeskripsikan pengolahan sampel variasi karbon aktif 0,2 mol yang menghasilkan nilai chi sebesar 2,247. Adapun fasa – fasa yang terbentuk yakni, fasa pertama Fe_{0,920}O di sudut 41,640, 4,210 dan 70,995. Fasa kedua Fe₂O₃ di sudut 41,640 dan 67,810. Fasa ketiga B₄C 44,225, 22,895, 25,705, 27,355, 40,905 dan 52,785. Fasa keempat B₂₅C di sudut 37,885, 48,210, dan 70,955. Terakhir fasa FeB di sudut 37,885,



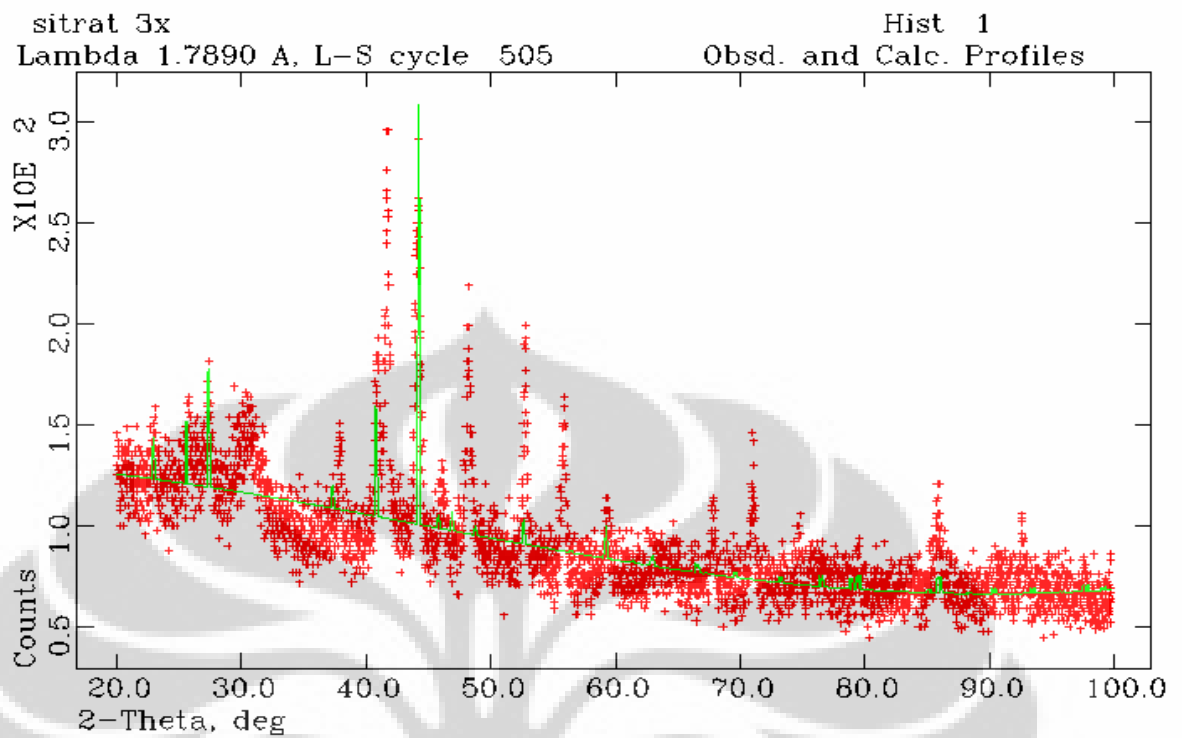
Gambar 4.8 Plot data GSAS variasi 0,2 mol C untuk 5 fasa, yakni $\text{Fe}_{0,920}\text{O}$, Fe_2O_3 , B_4C , B_{25}C , dan FeB

Sesuai dengan batasan masalah pada penelitian ini, yakni untuk mengetahui apakah sintesa B_4C terjadi dengan formulasi yang dibangun, maka pengolahan GSAS mengutamakan fasa B_4C saja. Hal ini berdampak pada tingginya nilai chi dan rendahnya jumlah *fitting* yang terjadi. Seperti pada Gambar 4.9 untuk variasi 0,4 mol C hanya menunjukkan *fitting* beberapa puncak. Dengan demikian, fasa B_4C sintesa yang diindikasikan dari data XRD dan pengolahan GSAS bukan fasa utama. Selain itu, nilai intensitasnya belum mencapai 100%.

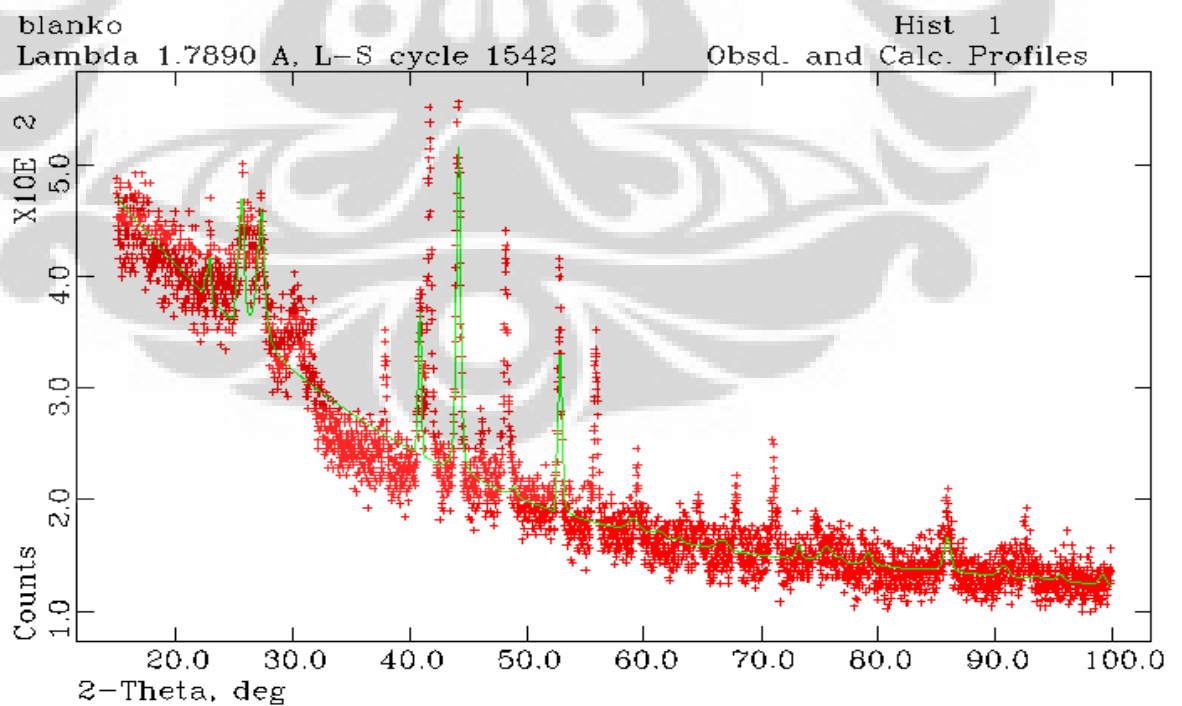


Gambar 4.9 Plot data GSAS variasi 0,4 mol C

Data yang diperoleh dari XRD memiliki sedikit simpangan pada sudut – sudut yang mengindikasikan *peak* B_4C . Hal ini berdampak menambah tingginya nilai chi yang didapat dari GSAS selain hanya memperhatikan satu fasa B_4C saja. Hal ini tidak hanya terjadi pada variasi karbon saja tetapi juga pada variasi asam sitrat pada Gambar 4.10 dan sekaligus sampel tanpa variasi (blanko) pada Gambar 4.11.



Gambar 4.10 Plot data GSAS variasi $1\frac{1}{2} \times 10 \times \frac{1}{6}$ Mr. asam sitrat



Gambar 4.11 Plot data GSAS sampel tanpa variasi (blanko)

4.2 Pembahasan

Kedua sampel eksperimen baik sampel tanpa variasi (blanko) maupun yang divariasikan asam sitrat dan karbon aktif masing – masing hanya menunjukkan 1 – 2 titik kemiripan ikatan B – C yang mengindikasikan terbentuknya B_4C pada pengujian FTIR. Hal ini berarti pada kedua sampel tersebut fasa B_4C sintesa yang terjadi bukanlah fasa utama. Analisis kemungkinan mengapa fasa lain juga terbentuk, yakni dari berbagai hal. Kemungkinan pertama, yakni konsistensi perbandingan massa dalam praktik eksperimennya sulit didapat mengingat pada saat *milling* sampel secara periodik dikontrol apakah tercampur dengan merata atau tidak. Untuk itu, dilakukan pengecekan dan apabila sampel tercampur tidak merata maka dilakukan pengadukan manual untuk selanjutnya dilakukan *milling* kembali. Pada saat pengadukan manual seringkali didapati sampel menempel pada dinding *diskmill* dan ketika diaduk manual beberapa bagian diantaranya terbuang. Dengan demikian, komposisi perbandingan mol harus dihitung dan diukur kembali. Pada proses ini besar kemungkinan terjadi simpangan pengukuran sehingga material yang harus ditambahkan sesuai diagram alir eksperimen tidak terjadi sempurna.

Kemungkinan kedua munculnya fasa lain selain B_4C , yakni karena mengingat pada saat eksperimen berlangsung terjadi deformasi *ballmill*. Lamanya waktu operasi efektif untuk mempersiapkan karbon dengan mereduksi ukuran butirannya dengan *High Energy Vibrator* cukup membuat ukuran *ballmill* dari bentuk bola utuh menjadi bola yang terkikis merata di lingkaran diameter awalnya. Kikisan ini tentunya menimbulkan fasa lain pada sampel dan bercampur merata akibat *milling* itu sendiri. Karena ukuran karbon sangat kecil akibat *milling* dan massa atom relatif karbon juga sangat kecil, maka homogenitas terjadinya impuritas sangat besar. Dengan demikian, munculnya fasa selain B_4C menjadi keniscayaan.

4.2.1 Sampel Dasar (Blanko)

Komposisi sampel dasar seperti telah dijelaskan pada Bab 3 dihipotesa akan mensintesa fasa B_4C . Meskipun stokiometri tersebut sedikitnya membuktikan kebenaran dengan munculnya fasa B_4C , tetapi hal ini tidak terlepas

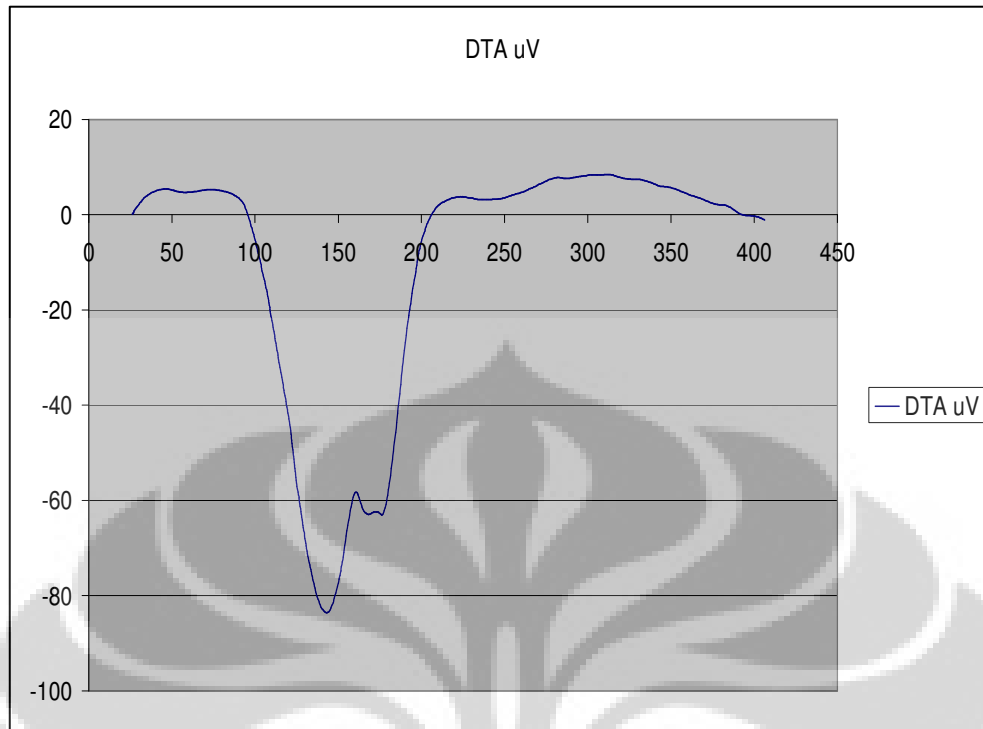
dari perlakuan sampel sebelum melalui proses *sintering*. Tahapan pertama eksperimen berupa *milling* karbon p.a bertujuan untuk mencapai butir optimal terjadinya ikatan kimia dengan perlakuan fisik dalam hal ini yang utama, yakni *sintering*. Berdasar tabel periodik kimia atom B dan C berada berdampingan dalam satu periode. Karena itu, ukuran atom B dan C tidak jauh berbeda. Mengingat struktur atomik B_4C model 3 dimensi pada Gambar 2.2 sangat kompleks, maka diperlukan butiran atom C optimal yang dapat berinteraksi secara kovalen membentuk ikatan B – C pada B_4C .

Asam borat dan asam sitrat memiliki titik lebur di bawah $200\text{ }^\circ\text{C}$ tentunya proses kalsinasi dapat diterapkan untuk mengurai ikatan kimia awal sehingga diharapkan unsur B sudah siap berikatan dengan unsur C baik dari karbon *milling* atau dari asam sitrat. Selain itu, kalsinasi dilakukan dengan maksud mengurangi kandungan air baik pada asam sitrat yang bersifat hidroskopis maupun asam borat yang juga dapat digolongkan dalam jenis kristal air ($B_2O_3 \cdot 3H_2O$). Kalsinasi juga dapat mereduksi kemungkinan adanya unsur organik dalam *precursor*.

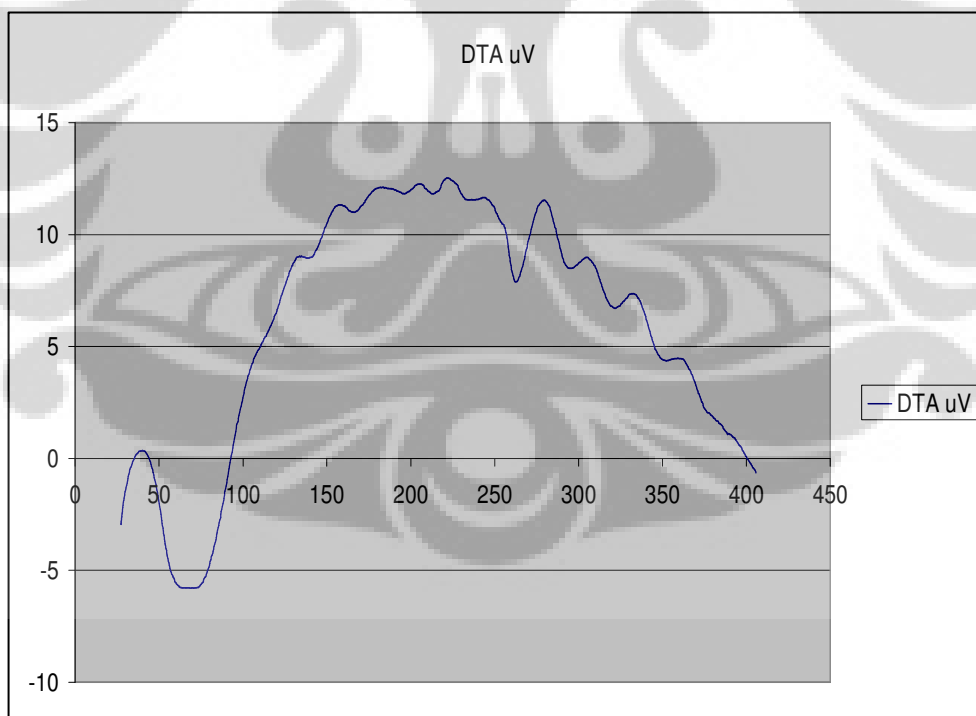
Pada proses kalsinasi agar dapat dipelajari dengan baik, maka pengujian DSC maupun DTA dilakukan. Pada uji DSC asam sitrat pada Gambar 2.3 dapat menjelaskan dekomposisi fasa yang terjadi pada temperatur $156\text{ }^\circ\text{C}$, yaitu setelah mencapai titik leburnya. Gambar 4.12 menunjukkan pengujian DTA pada asam borat dapat dijelaskan bahwa pada asam borat terjadi penyerapan panas mulai suhu $143,6\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian asam borat melepaskan panas pada temperatur $162,3\text{ }^\circ\text{C}$, serta kembali menyerap panas pada temperatur $169\text{ }^\circ\text{C}$ dan $178,7\text{ }^\circ\text{C}$ [17].

Gambar 4.13 [17] memperlihatkan grafik pengujian DTA pada karbon yang menjelaskan terjadinya pelepasan panas pada temperatur $38,6\text{ }^\circ\text{C}$ dan selanjutnya berturut-turut pada temperatur $137\text{ }^\circ\text{C}$, $161\text{ }^\circ\text{C}$, $179\text{ }^\circ\text{C}$, $208\text{ }^\circ\text{C}$, $226,7\text{ }^\circ\text{C}$, $282,9\text{ }^\circ\text{C}$, $308\text{ }^\circ\text{C}$, $332,2\text{ }^\circ\text{C}$ dan $363\text{ }^\circ\text{C}$. Penyerapan panas terjadi mulai temperatur $72,8\text{ }^\circ\text{C}$ dan selanjutnya berturut-turut pada temperatur $142,2\text{ }^\circ\text{C}$, $169,8\text{ }^\circ\text{C}$, $200\text{ }^\circ\text{C}$, $217\text{ }^\circ\text{C}$, $236\text{ }^\circ\text{C}$, $265,4\text{ }^\circ\text{C}$, $294,3\text{ }^\circ\text{C}$, $324,4\text{ }^\circ\text{C}$ dan $350\text{ }^\circ\text{C}$

Dengan uji data DTA proses kalsinasi yang dilakukan pada temperatur $350\text{ }^\circ\text{C}$ belum membentuk ikatan kovalen B – C. Tetapi data XRD untuk kalsinasi pada bahan tanpa variasi (blanko) tersebut menunjukkan terbetuknya suatu fasa yang belum dapat diidentifikasi dengan *software* ICDD. Ini berarti besar



Gambar 4.12. Grafik hasil DTA untuk asam borat



Gambar 4.13 Grafik hasil DTA untuk karbon

kemungkinan unsur atom karbon belum berinteraksi membentuk ikatan kovalen B – C yang diharapkan.

Proses *sintering* pada temperatur 1300 °C selama 2 jam memberikan energi yang cukup bagi masing – masing unsur membentuk fasa B₄C. Fasa asam borat dan asam sitrat dengan metode pirolisis seperti yang diteliti Khanra telah membentuk fasa B₄C pada kisaran 1050 – 1100 °C meskipun dengan metode itu optimalisasinya terjadi pada temperatur 1600 °C. Bila metode pirolisis ini bertujuan mempelajari mekanisme pertumbuhan fasa B₄C dengan metode karbotermal dengan tahapan penguapan – pencairan dan perubahan menjadi padatan, maka kandungan material penelitian ini memenuhi setidaknya sebagian kecil proses yang serupa.

4.2.2 Sampel Dasar Dengan Variasi Penambahan Karbon

Analisis kontribusi karbon pada lapisan tipis menunjukkan bahwa kontribusi penggunaan laser diperuntukkan sebagai sumber panas. Laser CO dan gas dinamik yang digunakan bertujuan untuk mendeposisikan material precursor BCl₃ dan CH₄ dalam lingkungan gas Ar. Dengan demikian, pengaruh panas sangat penting. Bentuk precursor berupa gas mengindikasikan bahwa ikatan kimia pada *precursor* tidak sekuat bila sumber *precursor*-nya berupa padatan seperti pada penelitian ini. Panas yang dibutuhkan sesuai dengan daya keluaran laser CO itu sendiri sebesar 125 – 175 Watt. Waktu perlakuannya pun relatif jauh lebih singkat, yakni hanya 30 – 90 detik. Tetapi kondisi panas dan waktu ini dapat berhasil membuat lapisan tipis B₄C karena kondisi precurnya gas. Tentunya mengingat pada penelitian ini *precursor*-nya dalam bentuk padatan, maka dibutuhkan pemanasan dan waktu yang jauh lebih besar dan lama. Hal ini juga sebanding dengan hasilnya yang bukan berupa lapisan tetapi bubuk yang jumlahnya tentu lebih besar lagi.

Pada penelitian tersebut energi aktivasi yang dibutuhkan untuk menumbuhkan lapisan tipis B₄C, yakni $27,5 \pm 7,8 \text{ kJ.mol}^{-1}$. Rendahnya energi aktivasi mengindikasikan kecilnya kebebasan hubungan antara rata – rata deposisi terhadap temperatur. Ini berarti perpindahan massa pada jenis gas reaktif

merupakan batas rata – rata tahapan pertumbuhan lapisan boron karbida. Pengaruh karbon sebanyak 9,8% C hingga 20% C pada konsentrasi tinggi menghasilkan pola intensitas distribusi eksperimental relatif mengikuti intensitas standar sampel polikristalin B_4C dengan grain yang berorientasi acak. Pada lapisan dengan kandungan karbon rendah relatif terjadi inversi pada puncak intensitas pada bidang (104) dan (021) yang selalu terpantau dengan lebih tampak pada perkembangan pada bidang (104). Ketika konsentrasinya menurun ada indikasi kuat terjadi pergeseran pada puncak bidang (021). Dengan demikian kontribusi pengaruh konsentrasi karbon dari gas metana sebagai precursor berkontribusi pada dinamika struktur rhombohedral kristal B_4C dengan ikatan C – B – C atau C – B – B.

Berdasarkan analisis metode laser di atas, maka dapat dipahami bahwa data XRD pada penelitian ini faktanya juga menghasilkan beberapa pergeseran pada *peak* intensitas yang sudutnya mengindikasikan terbentuknya fasa B_4C . Dalam precursor berbentuk gas tersebut mengakibatkan fasa B_4C yang terjadi mengalami dinamika struktur yang tidak linear sehubungan dengan ragam konsentrasi *precursor* karbonnya. Begitupun dengan penelitian ini akibat variasi asam sitrat maupun karbon aktif yang diamati sebatas pergeseran sudut saja dan belum mengamati dinamikanya. Hal ini mengingat fasa B_4C yang terindikasi terbentuk bukanlah fasa utama.

4.2.3 Sampel Dasar Dengan Variasi Penambahan Asam Sitrat

Penambahan asam sitrat hasilnya jauh lebih baik dari penambahan karbon. Hal ini dimungkinkan mengingat dekomposisi asam sitrat melepas H_2O ataupun O_2 baik saat kalsinasi ataupun *sintering* yang terus dijaga vakum sebagian gugusnya memiliki ikatan kovalen O dan OH. Dengan unsur O yang berada pada satu periode dengan B dan C, maka proses substitusi gugus OH pada asam borat dengan asam sitrat mudah terjadi. Hal ini mencapai puncaknya pada penambahan $1\frac{1}{2} \times 10\% \times 1/6$ Mr. asam sitrat. Adapun penjelasan mengapa pada saat penambahan tidak pada komposisi ini konsentrasi B_4C tidak bisa melampaui kondisi sampel blanko, yakni tidak dapat dijelaskan dengan pasti karena hubungan

yang non linear pada kontribusi karbon pembentukan fasa B_4C . Dengan demikian, mungkin saja tercapai intensitas yang lebih tinggi pada variasi penambahan sekitar $1\frac{1}{2} \times 10\% \times 1/6 Mr.$ asam sitrat ini.

4.2.4 Optimalisasi Variasi Penambahan Karbon atau Asam Sitrat

Baik variasi penambahan karbon dan asam sitrat pada pembentukan fasa B_4C diindikasikan hubungan yang non liner pada sudut obeservasi $2\theta = 44,196^\circ$ dimana pada sudut ini B_4C referensi dan sampel – sampel yang dibuat memiliki pergeseran rata – rata sudut 2θ terkecil. Pada penelitian ini penambahan karbon saja dari material dasar tanpa variasi (blako) tidak bisa melampaui puncak intensitas sampel yang tanpa variasi. Sedangkan penambahan asam sitrat sedikit dapat meningkatkan intensitas dari bahan dasar tanpa variasi. Kedua hal ini baik penambahan karbon saja dan asam sitrat saja tidak dapat dijelaskan dengan hubungan yang linear mengingat kompleksitas ikatan kimia C – B – C pada fasa B_4C .

Bab 5

Kesimpulan dan Saran

5.1 Kesimpulan

Dalam penelitian ini dapat disimpulkan:

1. Fasa B₄C telah terbentuk baik pada sampel baik berbahan dasar tanpa variasi maupun dengan variasi baik dengan pengujian FTIR dan XRD maupun pengolahan GSAS
2. Data XRD pada semua sampel menunjukkan bahwa fasa B₄C ada diberbagai sudut yang berarti fasa tersebut polikristal, yakni dengan orientasi hkl (101), (104), (021), (202) dan (211)
3. Variasi asam sitrat dapat melampaui puncak intensitas dari bahan dasar tanpa variasi pada sudut obeservasi $2\theta = 44,1^\circ - 44,2^\circ$ sedangkan pada karbon tidak terjadi di sudut manapun
4. Pola puncak intensitas penambahan asam sitrat dan karbon sama – sama tidak mempunyai hubungan linear karena kompleksitas ikatan C – B – C pada fasa B₄C.

5.2 Saran

Agar proses dekomposisi sampel dapat dipahami lebih baik, maka diperlukan pengujian DSC – FTIR.

Daftar Pustaka

- [1] A.K. Khanra, *Production of boron carbide powder by carbothermal synthesis of gel material*, Bull. Mater. Sci., Vol. 30, No. 2, April 2007, p.p 93 – 96
- [2] T K. Roy.C.Subramanian*,A.K.Suri (2005). *Pressureless Sintering of Boron Carbide*, Ceramics International. XXX
- [3] G.I.Kalandadze, S.O. Sha Lamberidze, and A.B. Peikrishvili, 2000, *Sintering of Boron Carbide*. Journal of Solid State Chemistry 154, 194 – 198.
- [4] Martin Steinbruck 2004, *Oxidation of Boron Carbide at High Temperatures*. Journal of Nuclear Materials 336. 185 –193
- [5] http://www.reader.com/product/carbides/boron_carbide.html
- [6] Liang Shi^{ab}, Yun le Gu^a, Luyang Chen^a, Yitai Qian^{ax}, Zeheng Yang^a, Jianhua Ma^a, 2003. *A Low Temperature Syntetics of Crystalline B4C Ultrafine Powders*. Solid State Communication 128, 5 –
- [7] ^{a b c d e} *Diamonds and Diamond Grading: Lesson 4 How Diamonds Form*. Gemological Institute of America,, Carlsbad, California., 2002
- [8] Fransesco Mauri¹, Nathalie Vast², and Chrisj, Pickard³, 2001, *Atomic Structure of Icosahedral B4C Boron Carbide From a first Principle Analysis of NMR Spectra*. Physical Review Letters Volume 87, Number 8
- [9] http://www.en.wikipedia.org/wiki/boric_acid
- [10] <http://www.en.wikipedia.org/wiki/carbon>
- [11] A. Alizaded^a, E. Taheri – Nassaj^{ax}, N. Eh Sani^b, 2003. *Syntetic of Boron carbide Powder by a Carbothermic Reduction Methode*. Journal of The European Ceramics Society 24. pp 3227 – 3234.
- [12] http://www.en.wikipedia.org/wiki/citric_acid
- [13] www.ngb.netzch.com
- [14] O. Conde, A.J Silvestre, J.C Oliviera, *Influence of Carbon Content on The Crystallographic Structure of Boron carbide Films*, Surface and Coating Technology 125 (2000) 141
- [15] J.C. Oliviera, M.N. Olievera, and O. Conde, Surface and Coating Technology 80 (1996) 100
- [16] J.C. Olievera and O. Conde, Thin Film Solid 307 (1997) 29
- [17] Vira, *Sintesa Boron Karbida Dari Asam Borat (H₃BO₃) - Karbon Aktif Dan Asam Borat – Glukosa*, Thesis, Departemen Fisika, Uni. Indonesia, 2007

فِي أَيِّ الْأَرْكَمَاتُكَدِّبِينَ

Maka nikmat Tuhan kamu yang manakah yang kamu dustakan ?

(QS Ar Rahman)

{13, 16, 18, 21, 23, 25, 28, 30, 32, 34, 36, 38, 40, 42, 45, 47, 49, 51, 53, 55, 57,
59, 61, 63, 65, 67, 69, 71, 73, 75, 77}

الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ