

UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BORON KARBIDA (B_4C)
DARI ASAM BORAT (H_3BO_3), KARBON (C), DAN ASAM SITRAT
($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), SEBAGAI FASA PENGUAT KOMPOSIT
MATERIAL TAHAN PELURU ALUMINA-TITANIA**

MILIK PERPUSTAKAAN
FMIPA - UI

DISERTASI

PERPUSTAKAAN
FAKULTAS MIPA-UI
TIDAK DIPINJAMKAN
HANYA BACA DITEMPAT

MUSNI AHYANI

8305000051

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
JAKARTA
DESEMBER 2009**

UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BORON KARBIDA (B_4C)
DARI ASAM BORAT (H_3BO_3), KARBON (C), DAN ASAM SITRAT
($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), SEBAGAI FASA PENGUAT KOMPOSIT
MATERIAL TAHAN PELURU ALUMINA-TITANIA**

DISERTASI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar doktor

MILIK PERPUSTAKAAN
FMIPA - UI

MUSNI AHYANI

8305000051

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
JAKARTA
DESEMBER 2009**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Disertasi ini adalah hasil karya saya sendiri
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar

Nama : Musni Ahyani

NPM : 8305000051

Tanda Tangan :



Tanggal : 15. Desember 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Disertasi ini diajukan oleh :

Nama : Musni Ahyani
NPM : 8305000051
Program Studi : Ilmu Material
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Boron Karbida (B_4C) dari Asam Borat (H_3BO_3), Karbon (C), dan Asam Sitrat ($C_6H_8O_7H_2O$), Sebagai Fasa Penguat Komposit Material Tahan Peluru Alumina-Titania

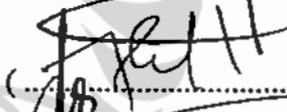
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Doktor pada Program Studi Ilmu Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI :

Promotor : Dr. Bambang Soegijono

()


Ko-Promotor : Dr. Muhammad Hikam.

()

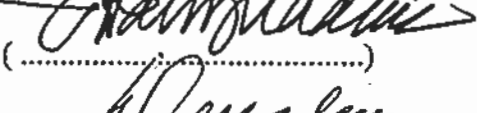
Ketua Sidang : Dr. Adi Basukriadi, M.Sc.

()

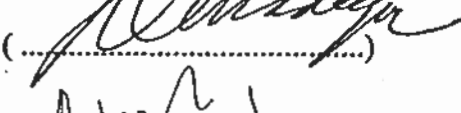
Tim Penguji : Dr. Suharjo Poertadji

()

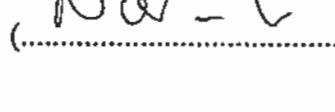
Prof. Dr. Ir. Johny Wahyuadi

()

Prof. Dr. Ir. D.N. Adnyana, APU

()

Dr. Nofrijon Sofyan

()

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : 15 Desember 2009

KATA PENGANTAR

Berkat Rahmat Tuhan Yang Maha Esa, Penulis dapat menulis Naskah Sidang Terbuka hasil penelitian program Doktor (S-3) dengan judul *Sintesis dan Karakterisasi Boron Karbida (B₄C) dari Asam Borat (H₃BO₃), Karbon (C), dan Asam Sitrat (C₆H₈O₇H₂O), Sebagai Fasa Penguat Komposit Material Tahan Peluru Alumina-Titania*

Disertasi ini merupakan suatu persyaratan dalam menempuh Program Doktor di jurusan Ilmu Material Departemen Fisika Fakultas MIPA Universitas Indonesia. Bersama ini ini dilampirkan juga sertifikat dan abstraksi Publikasi Internasional di Singapura dan Publikasi Internasional di Penang-Malaysia.

Dalam menyelesaikan Disertasi ini penulis banyak mendapat bantuan, dukungan, dan bimbingan dari berbagai pihak. Untuk itu saya ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya diantaranya kepada :

1. Dr. Bambang Soegijono selaku Promotor dan selaku Ketua Program Studi Ilmu Material yang telah memberikan bimbingan, saran dan masukan kepada saya sehingga terselesaikannya Disertasi ini.
2. Dr. Muhammad Hikam selaku Ko-Promotor dan Pembimbing Akademik yang telah memberikan petunjuk dan arahan dalam menempuh Program Doktor.
3. Departemen Pertahanan yang telah memberi Beasiswa dan Ka Balitbang Dephan serta Kapuslitbang Iptekhan Balitbang Dephan, selaku Pimpinan yang banyak memberikan bantuan baik moril maupun materiil selama menempuh Program Doktor.
4. Dr. Adi Basukriadi, MSc selaku Dekan Fakultas MIPA.
5. Dr. Suharjo Poertadji, Prof. Dr. Ir. Johny Wahyuadi, Prof. Dr. Ir. D.N. Adnyana, APU, dan Dr. Nofrijon Sofyan, selaku dosen penguji.
6. Dr. Azwar Manaf dan seluruh dosen di Program Pascasarjana Ilmu Material, yang telah banyak memberikan pengetahuan dan wawasan tentang ilmu material untuk menempuh Program Doktor.

7. Seluruh Staf dan Karyawan di Jurusan Ilmu Material, Departemen Fisika Fakultas MIPA Universitas Indonesia, yang telah banyak membantu dalam kelancaran perkuliahan.
8. Ibuku Martinah Akhmad, Suamiku Bagus Wijanarko, Mbak Mahreni, yang telah memberi semangat dan dorongan dalam melaksanakan Program Doktor.
9. Teman-teman di Jurusan Ilmu Material, diantaranya yang telah banyak membantu dalam berbagai hal dalam menempuh Program Doktor.

Disertasi ini masih jauh dari sempurna, untuk itu mohon adanya saran dan masukan demi sempurnanya Disertasi ini. Saya berharap Disertasi ini bermanfaat dan dapat memberikan sedikit sumbangan pemikiran di bidang ilmu material khususnya dan bagi peneliti terkait pada umumnya.

Jakarta, 15 Desember 2009

Penulis

Musni Ahyani

NPM.8305000051

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

Sebagai civitas Akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Musni Ahyani
NPM : 8305000051
Program studi : Ilmu Material
Departemen : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Disertasi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty-Free Right)** atas karya ilmiah yang berjudul : **Pembuatan dan karakterisasi boron karbida (B_4C) dari asam borat (H_3BO_3), karbon (C), dan asam sitrat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), sebagai fasa penguat komposit material tahan peluru alumina-titania. Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, merawat, dan mempublikasikan nama saya sebagai penulis /pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.**

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta

Pada tanggal : 15 Desember 2009

Yang menyatakan



(Musni Ahyani)

ABSTRAK

Nama : Musni Ahyani
Program studi : Ilmu material
Judul : Sintesis dan karakterisasi boron karbida (B_4C) dari asam borat (H_3BO_3), karbon (C), dan asam sitrat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), sebagai fasa penguat komposit material tahan peluru alumina-titania.

Boron Karbida (B_4C) dapat disintesis dari berbagai macam bahan dan metode. Dalam penelitian ini dipilih pembuatan boron karbida dengan metode reduksi karbotermik dari bahan asam borat, karbon aktif dan asam sitrat. Boron karbida hasil sintesis kemudian digunakan sebagai fasa penguat komposit material tahan peluru alumina-titania. Proses sintesis dilakukan dengan beberapa komposisi (F1-F8) dan beberapa teknik pencampuran. Secara garis besarnya asam sitrat dan asam borat dicampur kemudian ditambahkan karbon aktif. Selanjutnya dilakukan teknik *mixing* yang berbeda, yaitu *milling* dengan *potmill* dan *milling* dengan *vibrator ballmill*, untuk memperoleh ukuran butiran yang berbeda. Campuran reaktan hasil *mixing* kemudian dilakukan kalsinasi, di press sehingga berbentuk pelet, kemudian dilakukan sintering pada kondisi argon dengan temperatur yang bervariasi. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD), Fourier Transformator Infra Red (FTIR), uji mikrostruktur dengan Scanning Electron Microscope (SEM), lalu dibandingkan dengan karakteristik boron karbida produk Aldrich sebagai standar. Proses sintering pembuatan komposit alumina-titania berpenguat B_4C dilakukan pada temperatur 1600 °C. Plate hasil sintering diuji *hardness* dan *fracture toughness*-nya, lalu dilakukan perhitungan nilai D balistik.

Dari hasil sintesis didapat komposisi optimal pada F2 yaitu pada komposisi asam sitrat 1/6 mol, hal ini dapat dilihat dari hasil pembentukan B_4C pada temperatur 1450 °C dan 1560 °C pada Metode-I (*milling* dengan *potmill* dengan ukuran butir reaktan ± 300 mesh). Pembentukan B_4C terbanyak terjadi pada temperatur 1560 °C yaitu terbentuk fasa $\pm 83,96$ % B_4C ($R\bar{3}m$) dengan struktur kristal rombohedral, 2,56 % B_2O_3 ($P3_1$) struktur kristal heksagonal dan 13,48 % C ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal. Dari hasil sintesis Metode-II (*milling* dengan *vibrator ballmill* ukuran butir reaktan ± 87 % dibawah 1 mikron) pembentukan B_4C dapat terjadi pada temperatur lebih rendah yaitu 1300 °C terbentuk $\pm 75,11$ % B_4C ($R\bar{3}m$) dengan struktur kristal rombohedral, 0,165 % C ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal, 12,78 % Fe_2O_3 ($R\bar{3}c$) struktur kristal trigonal, 10,45 % B_6O ($R\bar{3}mH$) struktur kristal rombohedral, 1,64 % B_2O_3 ($P3_12_1$) struktur kristal trigonal/rombohedral. Hasil karakterisasi dengan FTIR fasa B_4C dari hasil sintesis menunjukkan *finger print* ($1087,65\text{ cm}^{-1}$) yang identik dengan standar B_4C produk Aldrich ($1079,64\text{ cm}^{-1}$); hal ini memperkuat hasil XRD. Sedangkan hasil SEM belum terlihat jelas karena adanya agregat dan masih

bercampur dengan fasa lain. B_4C hasil sintesis yang digunakan sebagai fasa penguat pada alumina-titania menunjukkan peningkatan nilai D balistik yang signifikan. Pada temperatur sintering $1600\text{ }^\circ\text{C}$ penambahan 3% berat B_4C pada alumina-titania menghasilkan nilai kekerasan $10,6118\text{ GPa}$ dan *fracture toughness* $3,08\text{ MPa m}^{1/2}$, nilai D (Balistik) $127,658.(c)$. Alumina-titania tanpa B_4C menghasilkan nilai kekerasan $10,4474\text{ GPa}$, *fracture toughness* $3.12\text{ MPa m}^{1/2}$, nilai D (Balistik) $122,641.(c)$. Dapat disimpulkan bahwa B_4C hasil sintesis sudah dapat dipakai sebagai material tahan peluru, walaupun dalam hal ini hasil sintesis belum dimurnikan.

Kata kunci : Boron karbida, sintesis, karbotermik, karbon aktif, asam sitrat, sintering, tahan peluru.



ABSTRACT

Name : Musni Ahyani
Program : Material Science
Title : Synthesis and characterization of boron carbide (B_4C) from boric acid (H_3BO_3), carbon (C), and citric acid ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), used as a reinforced in alumina-titania composite armor material.

Boron carbide (B_4C) can be synthesized by various materials and methods. In this research, boron carbide was synthesized from boric acid, active carbon and citric acid by using carbothermic reduction method. Boron carbide from this synthesis was used as reinforced material for body armor composite alumina-titania. The synthesis was conducted through several methods. In general, citric acid and boric acid were mixed and added with active carbon. In this case, two different mixing techniques were used, pottmill and vibrator ballmill mixing. The mixing result was then calcinated at $450^\circ C$ and pressed to form a pellet, afterward it was sintered in argon condition with various temperatures. The synthesis results were characterized by using X-Ray Diffraction (XRD), the microstructure of synthesis result was characterized by Scanning Electron Microscope (SEM) and Fourier Transformator Infra Red (FTIR), and then it was compared to the boron carbide standard from Aldrich. The synthesis result was used as a reinforced in alumina-titania in several composition at sintering temperature of $1600^\circ C$ and 2 hours of holding time. A plate resulted from the sintering was tested for the hardness and fracture toughness and its D ballistic value was calculated. The optimal composition F2 of the synthesis result was obtained at 1/6 mol of citric acid at $1450^\circ C$ and $1560^\circ C$ by using Method-I (pottmill milling grain size ± 300 mesh). The highest percentage of B_4C occurred at $1560^\circ C$ in which the reaction yielded in $\pm 83.96\%$ B_4C ($R\bar{3}m$) rhombohedral, 2.56% B_2O_3 ($P3_1$) hexagonal and 13.48% C ($P6_3/mmc$) hexagonal. The synthesis result from Method-II (milled by vibrator ballmill mixing, grain size $\pm 87\%$ below 1 micron) the B_4C formation is obtained at a lower temperature ($1300^\circ C$), consisted of $\pm 75.11\%$ B_4C ($R\bar{3}m$) rhombohedral, 0.165% C ($P6_3/mmc$) hexagonal, 12.78% Fe_2O_3 ($R\bar{3}c$) trigonal, 10.45% B_6O ($R\bar{3}mH$) rhombohedral and 1.64% B_2O_3 ($P3_12_1$) in trigonal/rhombohedral. FTIR analysis showed B_4C 's finger print (1087.65 cm^{-1}) that identical with B_4C standard from Aldrich (1079.64 cm^{-1}) which comformed the XRD result, whereas the SEM result was still unclear due to the formation of aggregate that mingled with other phases. The synthesis result of B_4C , which is used as a reinforced on alumina-titania composite showed a significant increase in D ballistic value. Using 3% weight of B_4C as a reinforced in alumina-titania composite and sintering at

1600 °C resulted in 10.6118 GPa of hardness and 3,08 MPa m^{1/2} of fracture toughness, and 127.658.(c) of D Balisitic value. It can be concluded that the B₄C from this synthesis can be used as a body armor material, regardless its purity. A re-synthesis process yielded in better B₄C proven by XRD and FTIR result, however, in this research, the re-synthesis result sample was not further tested as a reinforced in alumina-titania composite.

Keywords : Boron carbide, synthesis, carbothermic, active carbon, citric acid, sintering, body armor.



DAFTAR ISI

	Hal
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	2
1.3. Tujuan Penelitian	2
1.2.1. Tujuan Umum penelitian	2
1.2.2. Tujuan Khusus penelitian	3
1.4. Manfaat Penelitian	3
1.5. Batasan Penelitian	4
1.6. Hipotesis	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Material Tahan Peluru.....	5
2.2. Perkembangan Sintesis dan Proses Sintering Boron Karbida Pada Paduan Material Tahan Peluru.....	7
2.2.1. Sintesis Boron Karbida.....	8
2.2.2. Proses Sintering Boron Karbida Pada Material Paduan Tahan Peluru..	13
2.3. Tinjauan Teori Bahan dan Hasil Penelitian	17
2.3.1. Boron Karbida.....	17
2.3.2. Boron Oksida	20
2.3.3. Boron Suboksid	21

2.3.4.	Asam Borat	21
2.3.5.	Karbon	22
2.3.6.	Asam Sitrat	23
2.3.7.	Komposit	24
2.3.8.	Alumina	24
2.3.9.	Titanium Dioksida	25
3.	METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1.	Desain penelitian	26
3.2.	Bahan Yang Digunakan Dalam Penelitian	26
3.2.1.	Bahan Untuk Sintesis	26
3.2.2.	Bahan Untuk Pembuatan Paduan	26
3.2.3.	Perhitungan Komposisi Stokiometri Sintesis	26
3.3.	Alat-Alat Yang Digunakan	29
3.4.	Metode Sintesis	30
3.4.1.	Sintesis B ₄ C	30
3.4.1.1.	Sintesis B ₄ C Metode-I	31
3.4.1.2.	Sintesis B ₄ C Metode-II	32
3.4.2.	Pemurnian Hasil Sintesis	37
3.4.2.1.	Pemurnian Dengan Menggunakan Pelarut dan Pemanasan	37
3.4.2.2.	Pemurnian Dengan Proses Re-sintesis (Pengayaan)	37
3.5.	Pembuatan Paduan/ Komposit Alumina-Titania	38
3.6.	Karakterisasi Bahan dan Hasil Penelitian.....	39
3.6.1.	Analisa Fasa Dengan XRD	39
3.6.2.	Analisa Struktur Mikro Dengan SEM	41
3.6.3.	Analisa Dengan FTIR	41
3.6.4.	Analisa Dengan DTA	42
3.6.5.	Pengukuran Densitas (Metode Archimedes)	42
3.6.6.	Pengujian Kekerasan dan <i>Fracture Toughness</i>	43
4.	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	46
4.1.	Karakterisasi Bahan Reaktan Dengan XRD, DTA, SEM	46
4.1.1.	XRD Bahan Reaktan	46

4.1.2.	DTA Bahan Reaktan	48
4.1.3.	SEM Bahan reaktan	50
4.2.	Hasil Dan Pembahasan Hasil Sintesis	51
4.2.1.	Pembahasan Hasil Sintesis Dengan XRD	52
4.2.1.1.	Hasil Sintesis Metode-I	52
4.2.1.2.	Hasil Sintesis Metode-IIA	61
4.2.1.3.	Hasil Sintesis Metode-IIB	63
4.2.1.4.	Hasil Sintesis Metode-IIC, F2 Pada Temperatur 900 °C, 1000 °C, 1150 °C, dan 1300 °C	64
4.2.1.5.	Hasil Sintesis Metode-IID	68
4.2.1.6.	Hasil Sintesis Metode-IIE	68
4.2.1.7.	Hasil Pemurnian Sampel (F2-T1300E)	69
4.2.2.	Pembahasan Hasil Sintesis Dengan FTIR	71
4.2.2.1.	FTIR Hasil Sintesis Metode-I	71
4.2.2.2.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IIA	76
4.2.2.3.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IIB	77
4.2.2.4.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IIC	77
4.2.2.5.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IID	79
4.2.2.6.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IIE	80
4.2.2.7.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IIE-M	81
4.2.2.8.	FTIR Hasil Sintesis Metode-IIE-PM	81
4.2.3.	Pembahasan Hasil Sintesis Dengan SEM	82
4.2.3.1.	SEM Hasil Sintesis Metode-I	82
4.2.3.2.	SEM Hasil Sintesis Metode-IIC	84
4.3.	Hasil Dan Pembahasan Proses Paduan/Komposit Al ₂ O ₃ -TiO ₂ Dan Al ₂ O ₃ -TiO ₂ -B ₄ C.....	85
5.	KESIMPULAN DAN SARAN	91
5.1.	Kesimpulan	91
5.2	Saran	92
	DAFTAR REFERENSI	93
	LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

	Hal
Gambar 2.1. Struktur Atom B ₄ C	18
Gambar 2.2. Foto SEM Kristal Icosahedral B ₄ C	18
Gambar 2.3. Micro-Raman Spectrum Icosahedral Kristal B ₄ C	19
Gambar 2.4. SEM Hasil Sintesis Asam Borat + C + petroleum coke.	19
Gambar 2.5. Diagram Fasa Sistem Boron-Karbon	20
Gambar 3.1. Diagram Alir Sintesis Boron Karbida	27
Gambar 3.2. Diagram Alir Pembuatan Paduan Material Tahan Peluru.	29
Gambar 3.3. Diagram Alir Metode-I	31
Gambar 3.4. Diagram Alir Metode-IIA	33
Gambar 3.5. Diagram Alir Metode-IIC.	35
Gambar 3.6. Diagram Alir Pembuatan Paduan Alumina Titania-B ₄ C.	40
Gambar 3.7. Pengujian Vickers Hardness Dan Fracture Toughness	44
Gambar 3.8. Skema Pengujian <i>Fracture Toughness</i> Dngan Metode <i>Indentation</i> .	45
Gambar 4.1. Difraktogram Asam Borat. XRD dengan anoda Co	46
Gambar 4.2. Difraktogram Karbon Aktif. XRD dengan anoda Co	47
Gambar 4.3. Difraktogram Asam Sitrat. XRD dengan anoda Co.	47
Gambar 4.4. Pola DTA Asam Borat.	49
Gambar 4.5. Pola DTA. Karbon Aktif.	49
Gambar 4.6. Pola DTA Asam Sitrat.	50
Gambar 4.7. Foto SEM Asam Borat	51
Gambar 4.8. Foto SEM Karbon Aktif	51
Gambar 4.9. Foto SEM Asam Sitrat	51
Gambar 4.10. Difraktogram Hasil Sintesis Sampel Metode-I, untuk F1 s/d F8 pada Temperatur 1450 °C , dan Difraktogram B ₄ C Aldrich, dengan anoda Co.	53

Gambar 4.11.	Difraktogram Hasil Sintesa Sampel F1 s/d F8 Metode-I, Pada Temperatur 1560 °C , dan Difraktogram B ₄ C Aldrich, dengan anoda Co.	57
Gambar 4.12.	Difraktogram Sampel F2 Metode-I, Pada Temperatur 1560 °C, 1450 °C , 1300 °C , 1150 °C, dan B ₄ C Aldrich, dengan anoda Co.	60
Gambar 4.13.	Difraktogram Hasil Sintesis Sampel Metode-IIA (FA-T1300) dan Difraktogram B ₄ C Aldrich, dengan anoda Cu.	62
Gambar 4.14.	Difraktogram Hasil Sintesa Sampel Metode-IIB (FB-T1300) dan Difraktogram B ₄ C Aldrich, dengan anoda Cu.	64
Gambar 4.15.	Difraktogram Sampel F2 Metode-IIC, pada temperatur 1300 °C, 1150 °C, 1000 °C , 900 °C, dan B ₄ C Aldrich, dengan anoda Cu.	66
Gambar 4.16.	Pola X-Ray Diffraction Sampel Hasil Sintesa Metode-IID (Milling Basah Pelarut Aseton) Pada Temperatur 1300 °C, dan B ₄ C Aldrich, dengan anoda Cu.	68
Gambar 4.17.	Difraktogram Hasil Sintesis Metode-IIC Temperatur 1300 °C Milling Kering (F2 –T1300C), Hasil Sintesis Metode-2E Temperatur Sintesis 1300 °C Milling Basah (F2-T1300E), Hasil Pengkayaan Temperatur 1300 °C (F2-T1300E-PM), dan Difraktogram B ₄ C Aldrich, dengan anoda Cu.	70
Gambar 4.18.	Pola FTIR B ₄ C Aldrich	71
Gambar 4.19.	Pola FTIR B ₂ O ₃ Aldrich	72
Gambar 4.20.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F1-T1450	73
Gambar 4.21.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F1-T1560	73
Gambar 4.22.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F2-T1450	74

Gambar 4.23.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F2-T1560	75
Gambar 4.24.	Pola FTIR Hasil sintesa Metode-I F3-T1560	76
Gambar 4.25.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIA, Kode Sampel FA-T1300	76
Gambar 4.26.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIB, Kode Sampel FB-T1300	77
Gambar 4.27.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 1300 °C, Kode Sampel F2-T1300C	78
Gambar 4.28.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 1150°C, Kode Sampel F2-T1150C.	78
Gambar 4.29.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 1000 °C, Kode Sampel F2-T1000C.	79
Gambar 4.30.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 900 °C, Kode Sampel F2-T1300C	79
Gambar 4.31.	Pola FTIR Hasil Sintesa Milling Basah Metode --IID Dengan Pelarut Aceton, Kode Sampel F2-T1300D	80
Gambar 4.32.	Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIE Temperatur 1300 °C	80
Gambar 4.33.	Pola FTIR Hasil Pemurnian Dengan Pelarutan Dan Pemanasan, Kode sampel F2-T1300E-M	81
Gambar 4.34.	Pola FTIR Hasil Pemurnian Proses Pengkayaan F2- T1300E-PM	82
Gambar 4.35.	Foto SEM B ₄ C Aldrich	83
Gambar 4.36.	Foto SEM F2-T1450	83
Gambar 4.37.	Foto SEM F2-T1560	83
Gambar 4.38.	Foto SEM F2-T1300	83
Gambar 4.39.	Foto SEM F2-T1150	83
Gambar 4.40.	Foto SEM F2-T1300C	84
Gambar 4.41.	Foto SEM F2-T1150C	84
Gambar 4.42.	Foto SEM F2-T1000C	84
Gambar 4.43.	Foto SEM F2-T900C	84

DAFTAR TABEL

	Hal
Tabel 2.1. Beberapa keramik tahan peluru dan sifat-sifatnya.	6
Tabel 3.1. Komposisi Perbandingan Mol Formula F-1 s/d F-8	28
Tabel.3.2. Komposisi Stokiometri Berat (Gram) Bahan Awal dengan Kode Formula F-1 sampai dengan F-8	28
Tabel 4.1. Karakteristik pola difraksi sinar-X bahan reaktan	48
Tabel.4.2. Fasa-Fasa yang terbentuk dari hasil sintesis F1 s/d F8 pada temperatur 1450 °C, menggunakan GSAS.	55
Tabel.4.3. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis F1 s/d F8 pada temperatur 1560 °C, menggunakan GSAS.	58
Tabel. 4.4. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis Metode-I, F2-T1560 °C, F2-T1450 °C, F2-T1300 °C, F2-T1150 °C, menggunakan GSAS	61
Tabel. 4.5. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis FA-T1300, menggunakan GSAS	63
Tabel.4.6. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis FB-T1300, menggunakan GSAS	64
Tabel. 4.7. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis F2-T1300C, F2-T1150C, F2- T1000C, dan F2-T900C, menggunakan GSAS.	67
Tabel.4.8. Hasil Penimbangan Berat Awal, Berat Sesudah Sinter, dan % Penyusutan	86
Tabel. 4.9. Hasil Pengukuran Densitas, <i>Hardness</i> , Modulus Elastisitas, <i>Fracture toughness</i> , dan Nilai D	88

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran.1. Sifat –Sifat Boron Karbida.
- Lampiran 2. Sifat Fisik dari Boron Oksida dan Sifat-Sifat Asam Borat.
- Lampiran 3. Sifat-Sifat Karbon dan Sifat-Sifat Asam Sitrat.
- Lampiran 4. Perhitungan Komposisi Stokiometri Proses Sintesis.
- Lampiran 5. Gambar *Furnace* Saat Pembakaran Sampel Metode-I.
- Lampiran 6. Hasil GSAS B₄C Aldrich.
- Lampiran 7. Hasil GSAS (Metode-I) F2-T1560.
- Lampiran 8. Hasil GSAS Metode-II (F2-T1300C).
- Lampiran 9. Data ICDD Fasa-Fasa Yang Diteliti.
- Lampiran 10. Pola DTA B₄C- Aldrich Pada Suhu 100 °C – 1000 °C.
- Lampiran 11. Pola FTIR Fasa-Fasa Terkait Dengan Hasil Sintesis.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang.

Dewasa ini pengembangan keramik maju (*advanced ceramics*) sangat pesat baik untuk kepentingan komersial maupun kepentingan militer/pertahanan. Pada militer *advance ceramics* digunakan untuk material tahan peluru seperti baju tahan peluru, *body* Rantis (Kendaraan Taktis) atau Ranpur (Kendaraan Tempur). Kebutuhan material pertahanan tersebut masih tergantung pada impor dari luar negeri dengan harga yang sangat mahal. Belum lagi apabila ada embargo, maka akan sangat sulit untuk mendapatkannya.

Dari keramik tersebut, boron karbida (B_4C) merupakan salah satu diantara keramik yang sangat keras setelah diaman dan boron nitrida, mempunyai sifat-sifat fisik/mechanik dan performance sangat baik termasuk ketahanan impaknya, sifat ini sangat baik sebagai material tahan peluru.^[1,2] Boron karbida pada umumnya dibuat pada temperatur tinggi, tetapi ada beberapa pembuatan boron karbida dibuat pada temperatur rendah namun hasilnya belum memuaskan dan menggunakan proses dan peralatan yang cukup rumit serta biaya yang kurang ekonomis. Proses sintering boron karbida memerlukan temperatur $> 2000\text{ }^\circ\text{C}$, oleh karenanya banyak peneliti yang melakukan riset untuk menurunkan temperatur sintering melalui pencampuran. Bertitik tolak dari sifat dan karakteristiknya yang unggul sebagai material tahan peluru, maka boron karbida sangat menarik untuk dikembangkan. Dengan berbagai pertimbangan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, dimana proses sintesis boron karbida banyak dilakukan dengan metode karbotermik dan penambahan ko-reduktor merupakan proses yang efektif dalam pembentukan B_4C ,^[2,3,4,5] maka dipilih pembuatan boron karbida dengan metode reduksi karbotermik. Pada penelitian ini menggunakan bahan baku asam borat, dan karbon. Karbon berasal dari karbon aktif dan senyawa yang mengandung karbon yaitu asam sitrat (sebagai ko-reduktor).

Untuk melihat pengaruh B_4C hasil sintesis sebagai material tahan peluru, B_4C tersebut didopingkan pada keramik alumina-titania yang pada hasil riset sebelumnya sudah diuji sebagai material tahan peluru. Alumina-titania dengan doping B_4C disinter pada temperatur $1600\text{ }^\circ\text{C}$ dan waktu penahanan selama 2 jam. Penambahan B_4C hasil sintesa digunakan untuk mengetahui peningkatan performance alumina-titania. Peningkatan performance diperlihatkan dari hasil karakterisasi. Hasil uji *hardness*, *fracture toughness*, dan nilai D balistik paduan alumina titania-boron karbida, menunjukkan peningkatan nilai-nilai tersebut yang cukup signifikan.

1.2. Perumusan Masalah.

Boron karbida merupakan material keramik maju yang mempunyai sifat dan *performance* yang unggul dibandingkan dengan keramik sejenisnya. Maka dari itu banyak cara dan metode digunakan untuk dapat mensintesis boron karbida dengan jumlah banyak. Saat ini pembuatan boron karbida menggunakan suhu tinggi dan menggunakan teknologi tinggi, sehingga harga boron karbida sangat mahal, dan karna sangat terkait dengan penggunaan militer, maka pembelian boron karbida di pasaran dibatasi oleh negara pembuatnya. Untuk itu dilakukan suatu rekayasa dan inovasi bagaimana melakukan sintesis boron karbida dengan mencoba mengkaji beberapa metode dan melakukan berbagai variabel yang diharapkan dapat menemukan suatu proses sintesis boron karbida yang optimal. Ada banyak metode untuk melakukan sintesis boron karbida, dimana dari masing-masing metode tersebut banyak variabel yang berpengaruh didalam pembentukannya. Dari permasalahan tersebut ada beberapa yang menarik perlu diteliti yaitu metode reduksi karbotermik, dengan melakukan modifikasi jenis prekursor, membuat beberapa variabel yaitu teknik pencampuran untuk mendapatkan butiran prekursor yang lembut, variabel temperatur dan komposisi bahan prekursor. Modifikasi dan rekayasa ini diharapkan didapatkan hasil sintesis boron karbida sesuai yang diinginkan.

1.3. Tujuan Penelitian.

1.3.1. Tujuan Umum Penelitian.

1. Untuk mengetahui variabel-variabel proses pembentukan boron karbida dari reaksi reduksi karbotermik asam borat, karbon aktif dan asam sitrat. Variabel-variabel yang diteliti adalah perbandingan komposisi bahan prekursor yang optimal, temperatur sintesa, dan teknik sintesa, untuk mendapatkan boron karbida yang optimal.
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan boron karbida hasil sintesa pada karakteristik/performance paduan boron karbida - alumina titania.

1.3.2. Tujuan Khusus Penelitian.

1. Mencari perbandingan antara asam borat karbon aktif, dan asam sitrat dengan hasil pembentukan boron karbida yang terbanyak.
2. Mencari temperatur sintesa yang optimal, dengan variabel temperatur 900 °C sampai dengan 1560 °C.
3. Mencari dua variasi teknik milling yang optimal yaitu dengan potmill alumina dan dengan vibrator ballmill stainless steel, yang selanjutnya digunakan untuk mengetahui pengaruh ukuran butir prekursor terhadap hasil pembentukan boron karbida yang terbanyak.
4. Meneliti pengaruh penambahan B₄C hasil sintesa pada paduan boron karbida-alumina titania.

1.4. Manfaat Penelitian.

1. Keberhasilan teknik sintesa boron karbida pada riset ini akan memberi peluang pembuatan boron karbida skala industri dan lebih ekonomis.
2. Hasil penelitian dapat dikembangkan untuk aplikasi material *body armor*, dan berbagai penggunaan lainnya yang diperlukan untuk material pertahanan maupun untuk tujuan komersial seperti penyerap neutron, pelapis nozzle, propelan roket, dan lain-lain.

1.5. Batasan Penelitian.

Penelitian ini dibatasi bagaimana mendapatkan kondisi proses sintesa boron karbida dengan proses reduksi karbotermik dengan hasil maksimal, dengan cara :

1. Meninjau berbagai parameter proses sintesa.
2. Meneliti optimasi perbandingan komposisi bahan prekursor asam borat, karbon aktif dan asam sitrat.
3. Meneliti optimasi variabel temperatur.
4. Meneliti beberapa teknik sintesa (Teknik Milling).
5. Karakterisasi dan analisa produk, kemudian dibandingkan dengan boron karbida standar dari produk Aldrich.
6. Membuat plate dari paduan alumina titania - boron karbida, untuk mengetahui karakteristik dan *performance* paduannya.
7. Proses sintering hanya dilakukan sampai temperatur 1600 °C.

1.6. Hipotesis.

1. Temperatur sintesa berpengaruh pada pembentukan boron karbida.
2. Ukuran butir bahan prekursor berpengaruh pada temperatur pembentukan boron karbida.
3. Teknik pencampuran basah atau kering berpengaruh besar dalam proses pembentukan B₄C.
4. Temperatur sinter, aditif, tekanan, berpengaruh besar terhadap karakteristik/performance hasil paduan alumina titania - boron karbida.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA.

Tinjauan pustaka berupaya untuk memadukan, mengintegrasikan dan mensintesis seluruh materi yang ada dan berkaitan dengan sintesis boron karbida, dan pembuatan paduan/komposit pada alumina-titania. Hal ini diungkapkan secara teoritis, konseptual dan logis. Untuk mengkaitkan dan mengembangkan masalah penelitian dengan teori, konsep, dan hasil penelitian, maka dalam tinjauan pustaka ini dipaparkan tinjauan material tahan peluru, bagaimana perkembangan sintesis boron karbida, tinjauan teori sifat bahan dan karakteristiknya, sifat bahan hasil sistesis serta tinjauan bahan untuk paduan atau komposit untuk aplikasi material tahan peluru.

2.1. Material Tahan Peluru.

Mikrostruktur suatu material mempengaruhi sifat fisis-mekanis dan khususnya sifat ketahanan tembus peluru (ballistic) yang dapat dilihat bagaimana mekanisme penyebaran retakannya pada material tersebut. Oleh karenanya semua sifat yang relevan dan berpengaruh terhadap perubahan mikrostruktur keramik, harus dipertimbangkan secara hati-hati. Beberapa sifat harus diatur dan ditetapkan secara optimal baik dalam jumlah maupun dalam perbandingan antara sifat-sifat yang dikehendaki, antara lain nilai porositas harus berada sekecil mungkin mencapai 0 %, atau penyerapan air harus lebih kecil dari 0,02 %. Densitas diharapkan sekecil mungkin untuk keramik perangkat militer, namun penurunan densitas ini akan meningkatkan harga porositas yang kurang baik untuk keramik Rantis, hal ini dapat menyebabkan kerugian pada sifat lainnya.^[6] Kekerasan keramik Rantis harus cukup tinggi dan harus lebih tinggi dari kekerasan peluru (projectile). Kekerasan keramik Rantis sebanding 8-9 skala moh's atau skala Vicker's lebih besar 1200 HV₁₀, fracture toughness (K_{Ic}) yang rendah, dan pengalaman praktis menunjukkan bahwa bahan dengan K_{Ic} yang tinggi tidak memberikan ketahanan peluru yang berarti.^[7] Suatu keseimbangan antara kekerasan dan fracture toughness harus diatur dan dipelihara. Keramik dengan

tingkat *fracture toughness* tinggi yang diimbangi dengan tingkat kekerasan yang tinggi akan memberikan nilai ketahanan peluru yang optimal (tinggi). Keramik yang mempunyai keseimbangan sifat tersebut adalah keramik dasar non-oksida dan keramik paduan logam dengan keramik non-oksida, seperti SiC/Al. *Sonic velocity* yaitu sifat kemampuan dari keramik keras untuk meredam atau menghamburkan energi dari luas beban *impact*. Harga *sonic velocity* yang tinggi secara tidak langsung menunjukkan pencapaian tingkat yang tinggi dari sistim kepadatan keramik dan juga harga porositas tertutup yang rendah. Harga *sonic velocity* lebih besar 9.000 m/detik dapat memadai, *Young's modulus* keramik Rantis harus tinggi, dan harus lebih besar dari 300 GPa. Harga kuat lentur lebih besar dari 200 MPa dimungkinkan sudah baik. Hubungan antara sifat mekanis, yaitu antara kekerasan (HV), *sonic velocity* (c), *Young's modulus* (E), dan *fracture toughness* (K_{Ic}), dalam menaksir sifat ketahanan peluru *ballistic performance* dapat dirumuskan dalam model matematik :

$$D = 0,36 (HV \cdot c E) / K_{Ic}^2 \quad (2-1)$$

Model matematik ini akan membantu untuk mengerti lebih baik suatu mekanisme pecahan, yang menunjukkan sifat-sifat penting yang relevan terhadap ketahanan peluru (*ballistic performance*) dan juga dapat memberi evaluasi pendahuluan dari sifat ketahanan peluru tersebut.^[7] beberapa material yang digunakan untuk material tahan peluru dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

Tabel 2.1. Beberapa keramik tahan peluru dan sifat-sifatnya.^[7]

Ceramic	Density (g/cm ³)	Vickers Hardness (Gpa)	Fracture Toughness (Mpa.m ^{1/2})	Young's modulus (Gpa)	Sonic velocity (km/sec)	Flexural strength (Mpa)
Alumina	3,60-3,90	12-18	3,0-4,5	300-450	9,5-11,6	200-400
Alumina zirconia,	4,05-4,40	15- 20	3,8-4,5	300-340	9,8-10,2	350-550
Silicon carbide, sintered	3,10-3,20	22-23	3,0-4,0	400-420	11,0-11,4	300-340
Silicon carbide, hot pressed	3,25-3,28	-	5,0-5,5	440-450	11,2-12,0	600-730

Silicon nitride, hot pressed	3,20-3,45	16-19	6,3-9,0	-	-	600-830
Boron carbide, hot pressed	2,45-2,52	29-35	2,0-4,7	440-460	13,0-13,7	200-360
Titanium diboride, sintered	4,55	21-23	8,0	550	-	350
Titanium diboride, hot pressed	4,48-4,51	22-25	6,7-6,95	550	11,0-11,3	270-100

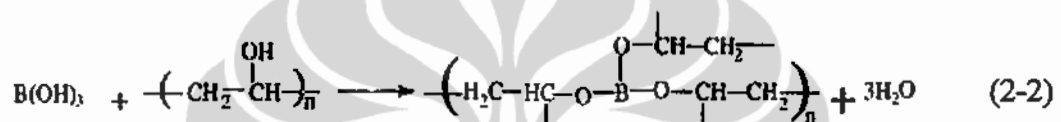
2.2. Perkembangan Sintesis dan Proses Sintering Boron Karbida Pada Paduan Material Tahan Peluru.

Sintesis boron karbida telah banyak diteliti oleh peneliti di dunia sejak puluhan tahun yang lalu. Berbagai macam bahan dan metode telah dilakukan untuk mendapatkan boron karbida yang diinginkan. Untuk membuat plate boron karbida murni dilakukan proses sintering temperatur tinggi $> 2200\text{ }^{\circ}\text{C}$,^[8] hal ini memerlukan tungku temperatur tinggi yang belum banyak tersedia dan memerlukan dana yang cukup mahal, maka dari itu boron karbida kebanyakan digunakan hanya sebagai doping atau komposit pada material yang ingin dinaikkan sifat dan ketangguhannya baik kekerasan atau sifat unggul lainnya. Material dasar yang biasanya ditambah doping dengan boron karbida salah satunya adalah alumina. Alumina mempunyai ketangguhan sebagai material tahan peluru cukup baik, namun densitasnya besar, hal ini masih kurang menguntungkan bila digunakan untuk *plate body armor* khususnya *personal armor*. Penambahan boron karbida sebagai doping atau komposit akan menurunkan densitas material paduannya dan menaikkan ketangguhannya. Maka dari itu penelitian boron karbida banyak menarik perhatian para peneliti, baik di dalam maupun di luar negeri, dalam rangka mendapatkan teknik dan proses sintesa yang efektif dan proses sintering yang efisien dalam pembuatan paduan atau komposit yang tangguh sesuai yang diinginkan.

2.2.1. Sintesis Boron Karbida.

Sintesis boron karbida dapat dilakukan dari asam borat dengan Poly Vinyl Alkohol (PVA) (Shampa M. *et al*, 2004),^[9] masing-masing bahan dilarutkan lalu dipanaskan pada temperatur 100 °C, seterusnya dipanaskan lagi pada temperatur 400 °C dan 800 °C. Dari hasil XRD belum terdapat indikasi hasil B₄C yang signifikan. Demikian juga jika dilihat dengan FTIR terlihat baru ada ikatan B-O yang menunjukkan adanya B₂O₃.

Reaksi yang terjadi dijelaskan seperti dibawah ini.^[9]

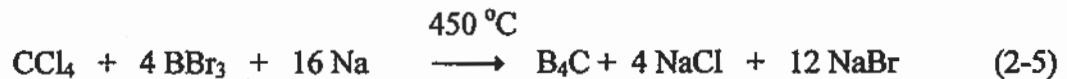


Sintesis boron karbida dengan cara reduksi BCl₃ dengan CH₄, C₂H₄ dan H₂ (Knudsen A.K, 1987),^[10] proses reduksi ini dilakukan pada temperatur 1500 °C menggunakan sinar laser. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD menunjukkan adanya B₄C rombohedral dengan puncak yang rendah, sedangkan dari karakterisasi TEM menunjukkan serbuk B₄C yang terbentuk sangat lembut. Proses dengan menggunakan laser ini terlihat sangat rumit dan menggunakan peralatan yang kompleks. Reaksi yang terjadi diuraikan seperti dibawah ini.



Sintesis boron karbida dari CCl₄, BBr₃ dan Na (Liang S. *et al*, 2003),^[3] reaksi dilakukan dalam *autoclave* dengan tekanan sekitar 7 MPa, pada temperatur 450 °C selama 8 jam dengan kondisi aliran gas argon. Hasil sintesis setelah dipisahkan dari sisa reaksi, hasilnya dikarakterisasi dengan XRD dan menunjukkan adanya B₄C rombohedral. Hasil karakterisasi dengan TEM menunjukkan B₄C berbentuk partikel speris berukuran sekitar 80 nm. Hasil penelitian ini menarik, namun bahan prekursor yang mahal dan proses penelitiannya menggunakan tekanan tinggi sehingga pengendaliannya tidak

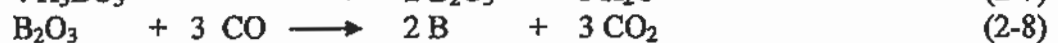
sederhana. Demikian juga proses pemurnian hasil sintesis cukup kompleks. Reaksi yang terjadi diuraikan seperti dibawah ini.



Sintesis boron karbida dengan metode reduksi karbotermik dari bahan prekursor asam borat, karbon aktif, *petroleum coke*, dengan katalis NaCl (Alizadeh A. *et al*, (2004),^[2] bahan prekursor dicampur dan dihaluskan sampai 44 μm , kemudian dipress dengan tebal 5 mm, lalu dibakar dalam tungku pada temperatur 1400-1550 $^\circ\text{C}$ dengan penahanan sekitar 1-5 jam, dengan kondisi tungku yang dialiri gas argon. Hasil sintesis dicuci dengan air panas untuk menghilangkan B_2O_3 , selanjutnya dicuci dengan soda kaustik untuk menghilangkan pengotor dan oksida sisa reaksi, kemudian dikeringkan pada temperatur 110 $^\circ\text{C}$. Untuk menghilangkan karbon sisa reaksi, dilakukan pemanasan 700 $^\circ\text{C}$ selama 30 menit dalam udara. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD dan SEM. Hasilnya memperlihatkan boron karbida belum terbentuk pada temperatur sintering dibawah 1400 $^\circ\text{C}$. Perbandingan stokiometri asam borat dengan karbon aktif adalah 3,3 sedangkan asam borat dengan *petroleum coke* adalah 3,5 dengan penambahan NaCl 1,5 % dalam campuran dapat menambah terbentuknya boron karbida. Secara keseluruhan reaksi reduksi karbotermik dapat dijabarkan sebagai berikut :



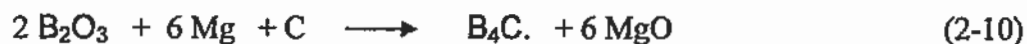
Reaksi ini terbentuk melalui tiga tahap :



Reduksi B_2O_3 dengan karbon monoksida, tahap 3 ditunjukkan pada persamaan reaksi (2-8), dapat terjadi secara termodinamika diatas temperatur 1400 $^\circ\text{C}$. Biasanya temperaturnya dijaga diatas 2000 $^\circ\text{C}$ untuk mempertinggi kecepatan reaksi.

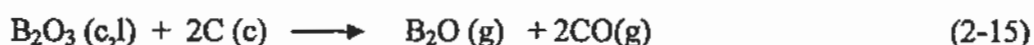
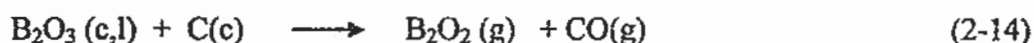
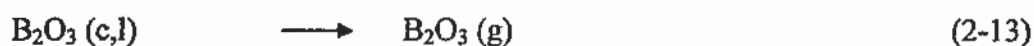
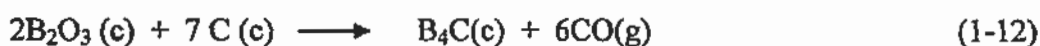
Sintesis submikron B_4C dengan metode kimia mekanik (Deng F.*et al*, 2006),^[4] sintesis menggunakan metode kimia mekanik. Bahan yang digunakan

boron oksida (B_2O_3), grafit (C) dan magnesium dengan perbandingan reaktan $B_2O_3 : C : Mg$ adalah 10 : 1 : 11. Semua bahan dimasukkan dalam plenari *ballmill* dengan ukuran diameter 84 mm dan tinggi 75 mm. Bola terbuat dari baja dengan diameter 19 mm dengan rasio bola dengan beban 5 : 1. kecepatan rotasi 400 rpm, selama 72 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD terdapat fasa MgO dan fasa B_4C . Secara keseluruhan reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut.



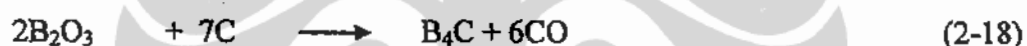
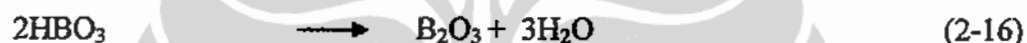
Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa fasa B_4C yang terbentuk mempunyai struktur kristal hexagonal, karakterisasi dengan TEM menunjukkan partikel B_4C yang terbentuk sekitar 100-200 nm. Walau terlihat dari grafik XRD, puncak B_4C masih sangat kecil intensitasnya namun secara kualitatif B_4C dapat terbentuk dengan sintesis metode kimia mekanik.

Sintesis boron karbida dari asam borat dan asam sitrat (Shinha A. *et al*, 2001),^[11] sintesis menggunakan bahan prekursor asam borat dilarutkan dalam air panas 85 °C kemudian asam sitrat dimasukan dan membentuk larutan, kemudian diuapkan pada temperatur konstan 112 °C. Larutan dijaga pH nya 2-3 dengan menambahkan larutan amonia. Pada pH ini terbentuk gel warna transparan kuning keemasan. Kemudian gel dilakukan pirolisis dibawah tekanan vakum pada temperatur 700 °C. Hasil pirolisis dihancurkan lalu di press dengan ukuran diameter 25 mm tekanan 20 MPa menggunakan tekanan hidrolik. Setelah itu sampel dimasukkan dalam tungku induksi dengan temperatur 1000 °C dan 1450 °C. Hasilnya dikarakterisasi dengan XRD, SEM dan ukuran butir dengan Laser PSA. Pada hasil pirolisis hanya terdapat fasa B_2O_3 , puncak karbon tidak nampak dari XRD, baru pada temperatur 1000 °C puncak fasa grafit nampak, hal ini merupakan suatu indikasi bahwa karbon pada prekursor adalah amorf. Reaksi yang terjadi dapat diuraikan seperti dibawah ini.



Pada temperatur 1000 °C belum terdapat B₄C, pada temperatur 1050 °C indikasi mulai ada, setelah temperatur 1450 °C terbentuk B₄C cukup tinggi dan sisa karbon. Besarnya butir B₄C hasil sintesis dari SEM adalah 2,25 µm.

Sintesis boron karbida metode karbotermal *gel sintetic* dari asam borat dan asam sitrat (Khanra A.K, 2007),^[12] sintesis menggunakan perbandingan reaktan 12 : 7. Bahan dilarutkan dalam air mendidih, kemudian dikeringkan dalam oven pada 100 °C selama 3 jam. Larutan menjadi gel berwarna kuning keemasan. Kemudian sampel dimasukkan lagi dalam tungku grafit dengan temperatur 1000 - 1800 °C. Setelah itu sampel dibakar pada temperatur 600 °C selama 2 jam kondisi udara untuk melepaskan bahan sisa reaksi. Produknya dikarakterisasi dengan XRD, SEM, dan PSA. Reaksi yang terjadi dijelaskan sebagai berikut.



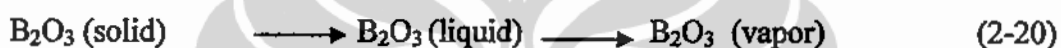
Setelah temperatur 1500 °C, fasa B₂O₃ cair mulai membentuk B₂O₃ gas. Kecepatan kinetik pembentukan B₂O₃ gas lebih rendah dari pada pembentukan fasa B₂O₂ gas. Pembentukan fasa B₄C pada sintesis 1800 °C lebih banyak terjadi dibandingkan dengan sintesis pada temperatur 1600 °C. Hasilnya masih terdapat karbon sisa reaksi. Ukuran partikel B₄C sekitar 9,4 µm.

Sintesis boron karbida dari boron dan karbon (Jingquang W, 2002),^[13] sintesis menggunakan karbon nano tube (CNTs) yang ditumbuhkan melalui *chemical vapor deposition* (CVD) dan menggunakan Ni sebagai katalis. Campuran ditempatkan pada tempat keramik dan di mounting pada tengah-tengah tabung tungku. Dipanaskan pada temperatur 1150 °C dibawah aliran gas argon. Produknya adalah bubuk abu-abu, kemudian dilakukan SEM, TEM, XPS, dan lain lain. Hasil SEM menunjukkan adanya B₄C nanorods. Dari hasil sintesis didapat B₄C dengan fasa B₁₂C₃. Reaksi yang terjadi dapat dijelaskan sebagai berikut.

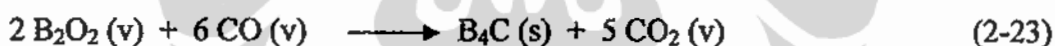


Ketika B₂O₃ bereaksi dengan CNTs dan membentuk boron karbida nanorods, atom oksigen bereaksi dengan atom karbon membentuk CO.

Sintesis boron karbida dari boron, boron oksida, dan karbon *black* (Renzi M. *et al*, 2002),^[1] Sintesis menggunakan perbandingan reaktan boron, boron oksida, dan karbon *black* dengan perbandingan 2:1:1. Campuran reaktan digerus pada krusibel grafit silinder terbuka dengan panjang 60 mm diameter dalam 25 mm kemudian dimasukkan dalam tungku induksi dengan pemanasan cepat pada temperatur 1650 °C dan penahanan selama 2 jam dengan kondisi aliran gas argon. Dari hasil karakterisasi dengan XRD ada indikasi fasa B₄C yang lain yaitu B₁₃C₂ *nanowires*. Peneliti ini menganggap bahwa boron karbida *nanowires* terbentuk dari mekanisme reaksi uap-padat (*vapor-solid mechanism*). Reaksi yang terjadi pada temperatur 1650 °C dapat dijelaskan pada reaksi dibawah ini.^[1]



Vapor-Vapor reaction



Pengaruh temperatur sintesis pada kerusakan struktur boron karbida (Umberto A. *et al*, 2005),^[14] melakukan sintesis boron karbida dari bubuk elemen (*elemental powder*) boron dan karbon *black* dilakukan dengan dua cara, yang pertama dengan metode *spark plasma synthesis* (SPS) dengan temperatur berbeda (1200 °C -1900 °C), yang kedua menggunakan SPS pada temperatur tetap (1300 °C) dilanjutkan dengan *anealling* dalam *furnace* *vacum* selama 30 menit dengan temperatur 1300-2100 °C. Hasilnya menunjukkan bahwa menggunakan cara pertama sintesis B₄C pada temperatur 1200 °C waktu penahanan 10 menit dihasilkan B₄C komersial dengan densitas relatif > 95 %. Pada cara ke dua densifikasi secara signifikan didapat diatas temperatur 1600 °C.

Sintesis boron karbida dari bahan asam borat - karbon aktif, dan asam borat – gula (Musfira CFT, 2006),^[15] sintesis dilakukan pada temperatur 400 °C, 800 °C, 1000 °C, masing-masing selama 3 jam. Hasil sintesis asam borat-karbon pada temperatur 400 °C sudah terbentuk B₂₅C. Dari reaktan asam borat-glukosa

pada kondisi pembakaran 400 °C dan 1000 °C terbentuk boron karbida jenis B_8C_{18} dan B_2O_3 , sedangkan pada temperatur 800 °C hanya terbentuk B_8C_{18} .

Sintesis boron karbida dari asam borat-karbon aktif, dan asam sitrat, dengan magnesium sebagai ko-reduktor (Dini H, 2007),^[5] melakukan sintesis boron karbida pada temperatur 850 °C selama 24 jam, terbentuk boron karbida jenis $B_{25}C$. Tanpa reduktor belum terbentuk $B_{25}C$. Untuk reaktan (asam borat - karbon aktif - asam sitrat) menggunakan koreduktor pada kondisi yang sama terbentuk boron karbida jenis B_4C dengan puncak yang cukup signifikan, sedangkan yang tanpa koreduktor terbentuk boron karbida jenis B_4C dengan puncak-puncak yang lemah.

Pembuatan boron karbida dari asam borat, karbon, dan asam sitrat (Dwinanto, 2008),^[16] melakukan sintesis pada temperatur 1300 °C, metode pencampuran menggunakan vibrator milling. Hasilnya belum menunjukkan prosentase boron karbida yang diharapkan, namun ada indikasi bahwa komposisi sampel dengan penambahan asam sitrat terdapat hasil boron karbida lebih banyak dari pada sampel yang tanpa asam sitrat.

2.2.2. Proses Sintering Boron Karbida Pada Material Paduan Tahan Peluru.

Sintering adalah suatu proses pertumbuhan partikel secara bersama dan terjadi ikatan yang kuat antara partikel-partikel yang berada bersebelahan yang biasanya dibarengi oleh proses densifikasi (pemadatan) sehingga partikel-partikel tersebut menjadi lebih kompak dan padat. Oleh karena itu, pada umumnya proses sintering ini selalu diinterpretasikan bahwa material akan mengalami pemadatan dan penyusutan. Padahal sebetulnya, ada suatu produk yang densitasnya menurun setelah mengalami proses sintering, misalnya produk refraktori isolasi yang mempunyai porositas tinggi. Jadi dalam hal sintering ini, yang terpenting adalah terjadinya proses ikatan antar partikel yang berdekatan.^[17] Tahapan proses sintering secara umum dapat dibedakan menjadi tiga yaitu tahapan awal, medium, dan tahapan akhir. Pada tahapan awal ini disebut juga tahapan pengaturan kembali (rearrangement), dimana selama proses pembakaran berlangsung, partikel-partikel akan mengalami pengaturan kembali posisinya sehingga bidang kontak antar partikel menjadi lebih baik. Pada tahapan ini, cairan akan mulai

terbentuk dan akan membasahi partikel-partikel, sehingga akan mempermudah terjadinya gerakan-gerakan partikel tersebut untuk membentuk kondisi yang lebih padat. Pada tahapan awal ini, proses densifikasi akan berjalan sangat cepat sehingga densitas material pada tahap ini mencapai 60 %. Kedua adalah tahapan medium, pada tahap ini partikel-partikel yang relatif kecil akan larut dalam cairan dan mengendap kembali pada partikel-partikel yang lebih besar, sehingga tercipta perbedaan ukuran partikel yang semakin besar. Perbedaan potensial kimia antara partikel yang kecil dengan yang lebih besar inilah yang berfungsi sebagai energi penggerak. Pada umumnya suatu material yang telah mengalami proses sintering tahapan medium ini, akan mempunyai densitas 92-95 %.^[18] Tahapan akhir, sebetulnya pada tahapan ini proses densifikasi telah berakhir. Proses yang terjadi pada tahapan ini hanyalah perpaduan antara partikel-partikel yang tumbuh selama proses sintering untuk membentuk partikel-partikel yang lebih besar. Pori-pori yang ada pada tahapan akhir ini hampir semuanya berupa pori-pori tertutup. Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap proses sintering adalah bahan aditif, ukuran butir, temperatur, waktu, tekanan dan kondisi atmosfer. Bahan aditif akan meningkatkan kekuatan mekanik dan menurunkan porositas, serta menghambat pertumbuhan kristal yang terlalu besar. Semakin kecil ukuran butir akan menghasilkan densitas yang semakin baik. Tetapi perlu diingat bahwa bentuk dan ukuran butir yang seragam (*uniform and monosize particles*) akan memberikan densitas yang rendah. Oleh karena itu, ukuran butir yang baik adalah yang halus serta mempunyai distribusi bentuk dan ukuran yang heterogen, dengan demikian densitas dan kekuatan mekanik yang optimal akan dapat dicapai. Secara umum tingkat densifikasi optimal akan diperoleh apabila kecepatan pembakarannya konstan hingga mencapai temperatur maksimal sinternya kemudian ditahan pada temperatur tersebut dalam waktu yang cukup lama. Metoda penekanan yang penting efektif untuk mendapatkan kepadatan produk yang tinggi. Kondisi atmosfer di dalam tungku pembakaran dapat mempengaruhi proses densifikasi dan pembentukan struktur mikro suatu produk.^[17]

Peninjauan perkembangan penelitian proses sintering difokuskan pada alumina-titania, dan alumina-titania-boron karbida, dalam rangka mendapatkan paduan sebagai material *body armor* yang diinginkan. Pembuatan paduan atau

komposit material tahan peluru dengan beberapa bahan aditif atau doping dapat dilihat pada beberapa hasil penelitian dibawah ini.

Pengaruh kondisi atmosfer sintering pada densifikasi keramik B_4C (Frage N. *et al*, 2003),^[19] menyatakan bahwa densifikasi B_4C selama sintering terjadi melalui dua tahap yaitu pemanasan temperatur 2000 °C dibawah kondisi vakum dan sintering pada temperatur 2190 °C dibawah kondisi argon. Hasil dari proses ini didapat boron karbida dengan 94-95 % densifikasi.

Penambahan beberapa aditif pada B_4C berpengaruh pada sifat kekerasan dan ketahanan abrasif (Zorzi J.E *et al*, 2005),^[20] menyatakan bahwa aditif seperti (C, B, TiB_2 , dan SiC) dengan proses sintering tanpa tekanan pada temperatur 2250 °C akan meningkatkan kekerasan dan ketahanan terhadap abrasi pada B_4C murni. Dari empat aditif tersebut ternyata aditif 4 % TiB_2 menghasilkan hasil akhir densitas, tingkat kekerasan, dan *wear coefficient* paling baik.

Machining dari *cutting tool* alumina-boron karbida komposit dengan proses *hot-press* (Choong H.J. *et al*, 2005),^[21] mencari pengaruh penambahan B_4C pada alumina dengan % volume 0-40 % B_4C dengan proses *hot-press* pada temperatur 1700 °C selama 1 jam dengan tekanan 35 MPa dengan kondisi aliran gas argon. Hasil menunjukkan bahwa komposisi 10-20 % volume B_4C berhasil membuat komposit $Al_2O_3-B_4C$. Hal ini ditunjukkan dari karakteristik mikro *hardness* meningkat dan ukuran butir menurun, hal ini sangat baik sebagai bahan untuk *cutting tool*.

Sintering dan karakterisasi komposit $Al_2O_3-B_4C$ (Jung *et al*, 1991),^[22] melakukan proses sintering $Al_2O_3-B_4C$ pada temperatur 1850 °C selama 60 menit. Hasilnya didapat densitas 97 % untuk 5 – 20 % volume boron karbida, *flexural strength* memeberikan nilai maximum 5.50 MPa untuk 20 % volum boron karbida, Vickers mikro *hardness* meningkat pada 30 % volume boron karbida, *farcture toughness* meningkat diatas komposisi B_4C 20 % volume dengan nilai maximum 4 Mpa.m^{1/2}.

Penelitian tentang sifat fisik komposit alumina-boron karbida whisker/partikel (Jeng L. *et al*, 1991),^[23] membuat komposisi 5, 10, 15, 20 % volum B_4C pada temperatur sintering 1500 °C atau 1600 °C selama 3 jam dengan

metoda *hot-press*. Hasil penelitian menunjukkan komposisi boron karbida yang ditambahkan berpengaruh pada sifat *fracture toughness* komposit alumina-boron karbida. Komposit alumina-boron karbida *hot-press* mempunyai sifat-sifat yang lebih baik dari pada inheren alumina matrik, densitas teoritis < 80 %, seharusnya densitas teoritis dengan metode *hot-press* > 96 %.

Pengontrolan adanya boron selama proses sintering pada B_4C yang terdispersi ke alumina (Dongsheng, 1994),^[24] menambahkan karbon pada alumina (Al_2O_3) dan boron karbida untuk meredusir kehilangan boron selama sintering, dan dengan demikian memperoleh pengontrolan yang akurat adanya boron konten pada pelet $B_4C-Al_2O_3$. Karena $B_4C-Al_2O_3$ ini akan digunakan pada inti reaktor nuklir dan adanya boron pada pelet berdampak pada *flux magnitude* dalam inti tersebut. Dengan adanya penambahan karbon maka akan mengurangi boron konten dan karbonisasi B_2O_3 menjadi B_4C .

Pengaruh MgO dan TiO_2 pada proses densifikasi alumina (Takayasu I. *et al*, 1987),^[25] melakukan perbandingan hasil sintering alumina dengan doping MgO dan TiO_2 , metode ini dilaksanakan dua tahap, pertama tahap kalsinasi pada temperatur 900 °C selama 8 jam dialiri gas O_2 dan tahap sintering pada temperatur 1700 °C selama 8 jam. Hasil yang didapat adalah TiO_2 berpengaruh memperbesar densifikasi Al_2O_3 pada tahap permulaan dan pertengahan, tetapi sedikit berbeda pada densitas akhir (97≈ 98 % teoritis) yang tidak pakai doping dan TiO_2 -doping Al_2O_3 pada temperatur sinter 1600 °C. MgO dilain pihak pada densitas akhir setara dengan 99 %. Dilihat dari dispersi panas *grooving* urutannya adalah MgO -doping < undoping < TiO_2 -doping Al_2O_3 :

Pembentukan alumunium titanat melalui reaksi *solid state* dari Al_2O_3 lembut dan TiO_2 powder (Benhard F. *et al*, 1987),^[26] reaktan yang digunakan $\alpha-Al_2O_3$ dan TiO_2 fasa rutil dimilling, di press berbentuk pelet dengan cetakan 10x10 mm, kemudian dibakar pada temperatur 1570-1600 °K. Reaksi yang mungkin terjadi secara oksidasi atmosferis sebagai berikut :



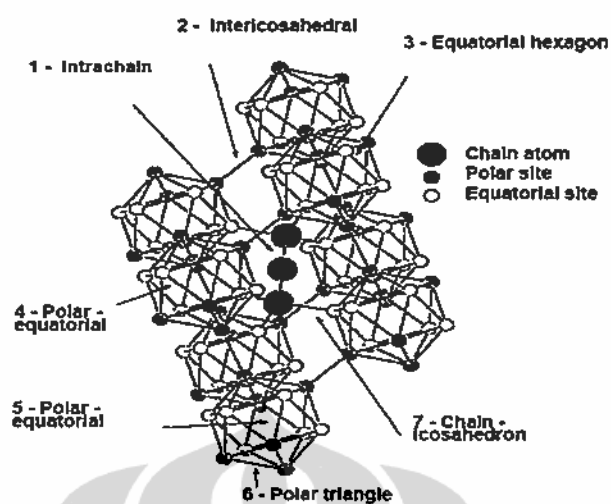
Al_2TiO_5 telah terbentuk dari campuran powder $Al_2O_3 - TiO_2$ dengan ukuran partikel kecil dan kemurnian bebas. Dua tahap reaksi teridentifikasi selama

kondisi perlakuan isothermal sekitar 1580 °K, ketika energi bebas untuk pembentukan kecil. Yang pertama adalah karakterisasi melalui nukleasi dan pertumbuhan sel-sel Al_2TiO_5 dalam matrik $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiO}_2$ sisa reaksi. Difusi mengatur tahap akhir reaksi untuk mengurangi gumpalan Al_2O_3 dan TiO_2 selama pertumbuhan awal dari sel Al_2TiO_5 .

2.3. Tinjauan Teori Bahan dan Hasil Penelitian.

2.3.1. Boron Karbida.

Boron Karbida (B_4C) merupakan bahan keramik non oksida yang mempunyai titik lebur 2447 °C dan mempunyai sifat-sifat yang unggul baik sifat fisik maupun mekaniknya.^[11] Bahan ini sangat baik digunakan sebagai media pemoles dan penghalus, mempunyai titik leleh yang tinggi, modulus elastisitas tinggi, densitas rendah, dan secara kimia *inertness*, sehingga membuat boron karbida sebagai salah satu material yang dapat diaplikasikan untuk teknologi tinggi. Dari sifat kekerasan dan densitas yang rendah, boron karbida digunakan sebagai material *ballistic protection*.^[2,11,27] Pada industri luar angkasa, bubuk boron karbida digunakan sebagai propelan roket untuk membangkitkan panas ketika dicampur dengan oksigen.^[28] Selain itu boron karbida juga dapat digunakan sebagai bahan semi konduktor.^[1] Beberapa sifat-sifat boron karbida dapat dilihat pada Lampiran 1.^[6,7,11] Pada umumnya boron karbida dinyatakan sebagai B_4C yang stokiometri, namun pada kenyataannya dapat juga berupa senyawa-senyawa boron karbida yang tidak stokiometri seperti $\text{B}_{13,65}\text{C}_{2,85}$, B_{10}C , B_8C , B_{13}C .^[3] Boron karbida umumnya dihasilkan melalui proses reduksi karbotermik dengan mereaksikan karbon C dengan B_2O_3 di dalam *arc furnace* listrik.^[2,12] atau dengan reaksi fasa gas.^[29] Struktur atom boron karbida dan ikatan B-C dapat dilihat pada Gambar 2.1, Foto SEM kristal icosahedral B_4C dapat dilihat pada Gambar 2.2.

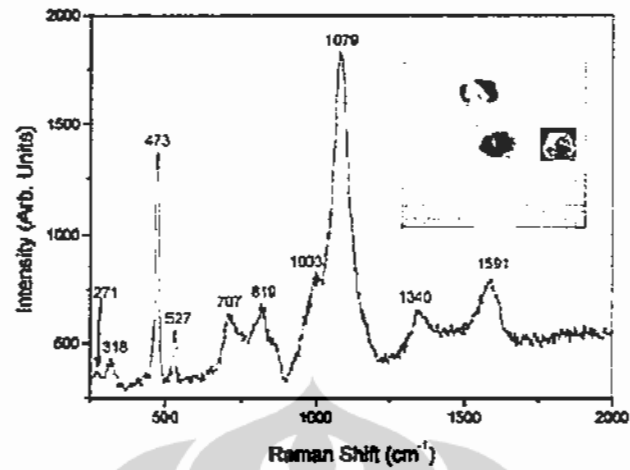


Gambar 2.1. Struktur atom B_4C .^[8]

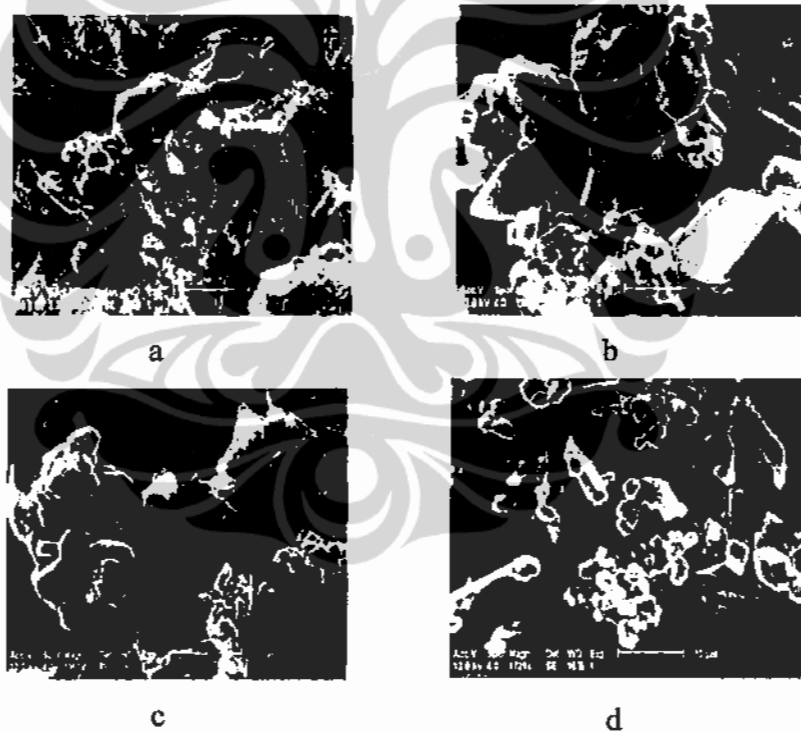


Gambar 2.2. Foto SEM Kristal Icosahedral B_4C .^[30]

Foto SEM hasil sintesis asam borat, karbon dan petroleum coke tampak pada Gambar 2.4.^[2] Boron karbida memiliki struktur rombohedral dengan 12-icosahedral atom yang dihubungkan dengan ikatan kovalen langsung dan melalui tiga rantai atom intericosahedral sepanjang diagonal utama dari rombohedron.^[30,31] Dari beberapa hasil penelitian diketahui bahwa spektrum Raman ikatan B-C dari B_4C pada wave number 1079 cm^{-1} pada Gambar 2.3^[30] Raman spectral ikatan B-C pada wave number 1073 cm^{-1} dan ikatan karbon pada 1360 cm^{-1} .^[3] Cakupan yang luas dari perbandingan B/C di dalam boron karbida berkaitan dengan penggantian atom boron dengan atom karbon di dalam rantai intericisahedral dan icosahedra.



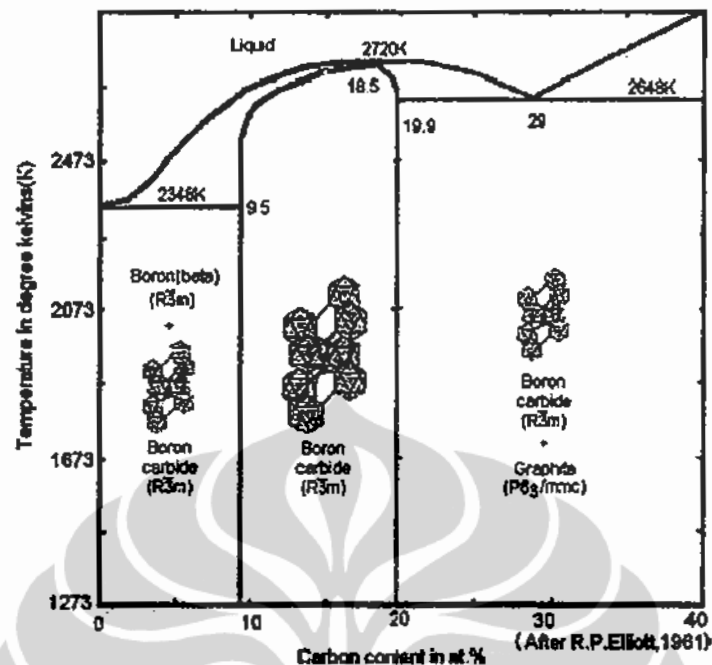
Gambar 2.3. Micro-Raman Spectrum Icosahedral Kristal B_4C .^[30]



Gambar. 2. 4. SEM Hasil Sintesis Asam Borat + C + Petroleum Coke.^[2]

- | | |
|-----------------------|-----------------------|
| a. Pada 1400 °C 1 jam | b. Pada 1470 °C 1 jam |
| c. Pada 1470 °C 5 jam | d. Pada 1550 °C 1 jam |

Pada penelitian diagram fasa boron karbon, memprediksi bahwa untuk memperoleh boron karbida fasa tunggal, atom karbon terlarut antara 8,8 – 20 at %
Gambar 2.5.^[30]



Gambar 2.5. Diagram Fasa Sistem Boron-Karbon.^[32]

Dalam penelitian ini, hasil sintesis B_4C akan dikarakterisasi untuk material tahan peluru (body armor). Hasil sintesis B_4C digunakan sebagai *filler* pada material tahan peluru alumina-titania.

2.3.2. Boron Oksida

Persamaan lain dari boron oksida adalah *Boric Anhydride*, *Anhydrous Boric Acid* atau *Boron Sesquioxide* dengan formula kimianya B_2O_3 , tidak berwarna, tidak berbau, dan rasanya sedikit pahit. Biasanya berada dalam kondisi seperti kaca, transparan, getas, padatan seperti gelas, sedikit higroskopis, dapat menangkap air dari atmosfer membentuk asam borat. Boron oksida terdiri dari komponen boron dan oksigen, sedikit larut dalam H_2O pada temperatur $100\text{ }^\circ\text{C}$. Pada temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ viskositasnya hampir dua kali viskositas gliserol pada suhu $20\text{ }^\circ\text{C}$. Boron oksida bereaksi secara eksotermis bila dipanaskan dengan logam alkali, magnesium, dan aluminium untuk membentuk boron amorf. Boron oksida dan karbon tidak dapat bereaksi dibawah suhu $950\text{ }^\circ\text{C}$, tetapi pada kondisi nitrogen, akan membentuk boron nitrida^[33] Sifat fisis dari boron oksida dapat dilihat pada Lampiran 2.a.^[34]

2.3.3. Boron Suboksida.

Boron suboksida adalah senyawa padat dengan rumus kimia B_6O dari boron dan oksigen. Boron suboksida mempunyai grup ruang ($R-3m$), tidak biasa berbentuk partikel ikosahedral, yang berupa kristal tunggal atau quasikristal, tetapi grup kembar dari 20 tetrahedral kristal. B_6O dapat disintesis dari B_2O_3 dengan boron.^[35] Boron suboksida bersifat sangat keras dapat dengan urutan setelah agregat diamond nanorod, fullerite ultra keras, diamond, kubik boron nitrida dan rhenium diamond. Boron suboksida mempunyai berat molekul 80,865 gr/mol, densitas 2,56 gr/cm³, melting point 2000 °C Kekerasan B_6O mikrohardness 45 Gpa (100 g load), *fracture toughness* 4,5 MPa m^{1/2}, density rendah, kandidat sebagai *cutting tool* dan *abrasive wear*, secara kimiawi *inertness*.^[36]

2.3.4 Asam Borat

Asam borat sering digunakan sebagai antiseptik, insektisida, pemadam api, dan prekursor senyawa-senyawa kimia. Asam borat berbentuk kristal tidak berwarna atau bubuk putih dan kadang-kadang ditulis sebagai $B(OH)_3$. Sifat asam borat adalah larut dalam air. Pada saat dipanaskan di atas temperatur 170 °C akan kehilangan air dan membentuk asam metaborat atau HBO_2 . Asam metaborat adalah suatu bentuk padatan berwarna putih dengan sistim kristalin kubik dan sedikit larut dalam air. Titik leburnya sekitar 236 °C, ketika dipanaskan di atas temperatur 300°C akan melepaskan air dan membentuk Asam Tetraborat atau Asam Pyroborat ($H_4B_4O_7$). Asam Borat tidak terdisosiasi dalam air, tetapi asamnya yang akan berinteraksi dengan molekul air melalui suatu reaksi kimia.^[37]



Anion pyroborat terbentuk pada pH 7 – 10 jika konsentrasi boron lebih dari 0,025 mol / L disebut ion tetraborat yang terdapat dalam mineral boraks dengan persamaan reaksi :



Sifat-sifat asam borat dapat dilihat pada Lampiran 2.b.^[37]

2.3.5. Karbon

Karbon merupakan unsur kimia dalam susunan berkala yang mempunyai simbol C dan nomor atomik 6. Karbon adalah unsur bukan logam tetravalent dan mempunyai beberapa bentuk allotropik dengan struktur kristal heksagonal. Contoh-contoh karbon adalah :

1. Berlian, struktur setiap atom terikat bentuk tetrahedral pada tempat yang lain, membentuk jaringan 3 dimensi atom dan enam cincin persegi.
2. Grafit, struktur setiap atom terikat pada tiga atom lain. Membentuk jaringan 2 dimensi digunakan dalam pensil.
3. Karbon amorphus, struktur gabungan molekul karbon, bentuk seperti kaca.
4. Tube nano karbon, struktur setiap karbon terikat tiga segitiga dalam helai melengkung yang membentuk silinder berlubang.

Karbon terdapat dalam semua kehidupan dan merupakan kimia organik. Bahannya tergolong bukan metal dan mempunyai ciri kimia yang menarik yaitu mampu mengikat dirinya dan banyak unsur lain, apabila bergabung dengan oksigen dapat membentuk karbon dioksida. Karbon merupakan unsur yang paling lembut dan yang paling keras dan mempunyai kecenderungan membentuk ikatan kimia dengan atom kecil yang lain, karena memiliki ukuran yang sangat kecil.^[38] Sifat-sifat karbon dapat dilihat pada Lampiran 3.a.^[38]

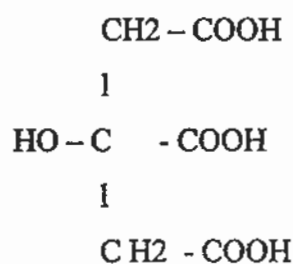
Karbon aktif adalah material yang berbentuk butiran atau bubuk yang berasal dari material yang mengandung karbon misalnya batubara, kulit kelapa, dan sebagainya. Dengan pengolahan tertentu yaitu proses aktivasi seperti perlakuan dengan tekanan dan suhu tinggi, dapat diperoleh karbon aktif yang memiliki permukaan dalam yang luas. Dalam satu gram karbon aktif, pada umumnya memiliki luas permukaan seluas 500-1500 m², sehingga sangat efektif dalam menangkap partikel-partikel yang sangat halus berukuran 0,01 – 0,0000001 mm. Karbon aktif bersifat sangat aktif dan akan menyerap apa saja yang kontak dengan karbon tersebut. Untuk asam-asam organik, adsorpsi akan meningkat bila pH diturunkan, yaitu dengan penambahan asam-asam mineral. Ini disebabkan

karena kemampuan asam mineral untuk mengurangi ionisasi asam organik tersebut. Sebaliknya bila pH asam organik dinaikkan yaitu dengan menambahkan alkali, adsorpsi akan berkurang sebagai akibat terbentuknya garam.^[39]

2.3.6. Asam sitrat.

Asam sitrat (2-hydroxy-1,2,3-propane-tricarboxylic acid) atau tricarboxylic acid dengan rumus kimia $C_6H_8O_7$ banyak dijumpai pada bahan-bahan alam seperti buah-buahan jeruk limau, jeruk lemon, dan raspberry. Sebagai monohydrate, sitrat berbentuk kristal orthorombic pada larutan dingin. Pada larutan dengan konsentrasi sitrat 0,1 N mempunyai pH 2,2. Keasaman asam sitrat didapatkan dari tiga gugus karboksil COOH yang dapat melepas proton dalam larutan. Jika hal ini terjadi, ion yang dihasilkan adalah ion sitrat. Sitrat sangat baik digunakan dalam larutan penyangga untuk mengendalikan pH larutan. Ion sitrat dapat bereaksi dengan banyak ion logam membentuk garam sitrat. Pada temperatur kamar, asam sitrat berbentuk serbuk kristal berwarna putih. Serbuk kristal tersebut dapat berupa bentuk anhydrous (bebas air), atau bentuk monohidrat yang mengandung satu molekul air setiap molekul asam sitrat. Bentuk anhydrous asam sitrat mengkristal dalam air panas, sedangkan bentuk monohidrat didapatkan dari kristalisasi asam sitrat dalam air dingin. Bentuk monohidrat tersebut dapat diubah menjadi bentuk anhidrous dengan pemanasan di atas 74 °C. Asam sitrat adalah padatan kristal berwarna putih yang larut dalam air dan sedikit larut dalam alkaline.^[40]

Rumus kimia asam sitrat :



Sifat-sifat asam sitrat dapat dilihat pada Lampiran 3.b.

2.3.7. Komposit.

Komposit merupakan perpaduan dari dua material atau lebih yang memiliki fasa yang berbeda menjadi suatu material baru yang memiliki *properties* lebih baik dari keduanya atau dengan kata lain komposit dibentuk dari dua atau lebih material yang berbeda menjadi satu material, untuk meningkatkan sifat mekanik dari setiap material yang dimilikinya. Komposit terdiri dari dua bagian utama yaitu *reinforcement* dan matrik. *Reinforcement* adalah penguat, penanggung beban utama pada komposit. *Reinforcement* ada yang berupa partikel, fiber/serat, atau struktural. Matriks adalah fasa dalam komposit yang mempunyai bagian atau fraksi volume terbesar (dominan). Jenis dari matriks yang digunakan dapat menentukan tipe komposit. Jenis-jenis matriks dapat digolongkan dalam tiga jenis yaitu polimer matriks dimana polimer sebagai matriksnya (PMC), metal matriks dimana metal sebagai matriksnya (MMC), dan keramik matriks dimana keramik sebagai matriksnya (CMC). Pada penelitian ini pembahasan lebih lanjut difokuskan pada keramik matriks komposit. Matriks yang sering digunakan pada CMC adalah gelas anorganik, keramik gelas, alumina, dan silikon nitrida. Keuntungan komposit tersebut diantaranya tahan pada temperatur tinggi, kekuatan dan ketangguhan tinggi, ketahanan korosi, tahan aus. ^[41]

2.3.8. Alumina.

Alumunium oksida adalah senyawa kimia dari alumunium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Nama mineralnya adalah alumina, dan dalam bidang pertambangan, keramik dan teknik material senyawa ini lebih banyak disebut dengan senyawa alumina. Alumina adalah insulator (penghambat) panas dan listrik yang baik. Umumnya Al_2O_3 terdapat dalam bentuk kristalin yang disebut corundum atau α -aluminum oksida. Al_2O_3 dipakai sebagai bahan abrasif dan sebagai komponen dalam alat pemotong, karena sifat kekerasannya. Alumina berperan penting dalam ketahanan logam aluminium terhadap perkaratan dengan udara. Logam aluminium sebenarnya amat mudah bereaksi dengan oksigen di udara membentuk aluminium oksida, yang terbentuk sebagai lapisan tipis yang

dengan cepat menutupi permukaan aluminium. Lapisan ini melindungi logam aluminium dari oksidasi lebih lanjut. Secara alami, aluminium oksida terdapat dalam bentuk kristal corundum. Batu mulia rubi dan sapphire tersusun atas corundum dengan warna-warna khas yang disebabkan kadar ketidakmurnian dalam struktur corundum. Alumina mempunyai berat molekul 101,96 gr/mol, densitas 3,97 gr/cm³, melting point 2054 °C, boiling point 2980 °C, tensile strength 28 kpsi, modulus elastisitas 41-46 x 10⁶ psi, fracture toughness 4-5 MPa.m^{1/2}, tidak larut dalam air, berupa senyawa padat tidak berwarna, bersifat sangat keras mempunyai ketahanan kekuatan kompresif yang tinggi walaupun pada temperatur tinggi dan lingkungan yang korosif. [42]

2.3.9. Titanium Dioksid.

Titanium dioksid dikenal juga sebagai titanium (IV) oksid atau titania, terikat secara alamiah dari oksida dan titanium. Rumus kimianya adalah TiO₂. Bila digunakan sebagai pigmen disebut titania putih, warna putih 6, atau CI 77891. Titania banyak digunakan dari mulai untuk cat sampai *sunscreen* juga sebagai warna makanan ketika diberi label E nomor E 171, dan sebagai *photocathalys* dibawah sinar ultra violet. Ada beberapa fasa TiO₂ yaitu rutile dengan sistem kristal tetragonal, anatase sistem kristal tetragonal, dan brookite sistem kristal orthorhombic. Titanium dioksid mempunyai berat molekul 79,87 gr/mol, berbentuk padat warna putih, densitas 4,23 gr/cm³, melting point 1870 °C, boiling point 2972 °C, bersifat tidak larut dalam air. [43]

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Desain Penelitian.

Penelitian diawali dengan sintesis boron karbida, setelah didapatkan proses sintesis yang optimal, dilanjutkan dengan membuat specimen (pellet) paduan. Sebagai blangko dipakai alumina-titania ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) (3 % berat TiO_2). Kemudian membuat specimen paduan/komposit B_4C pada ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) dan komposit [$(\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2)\text{-B}_4\text{C}$]. Hasil paduan dilakukan karakteristik *hardness*, *fracture toughness*, dan analisis nilai D balistik. Secara keseluruhan desain penelitian dapat dilihat pada diagram alir Gambar 3.1 dan Gambar 3.2.

3.2. Bahan Yang Digunakan Dalam Penelitian.

3.2.1. Bahan Untuk Sintesis.

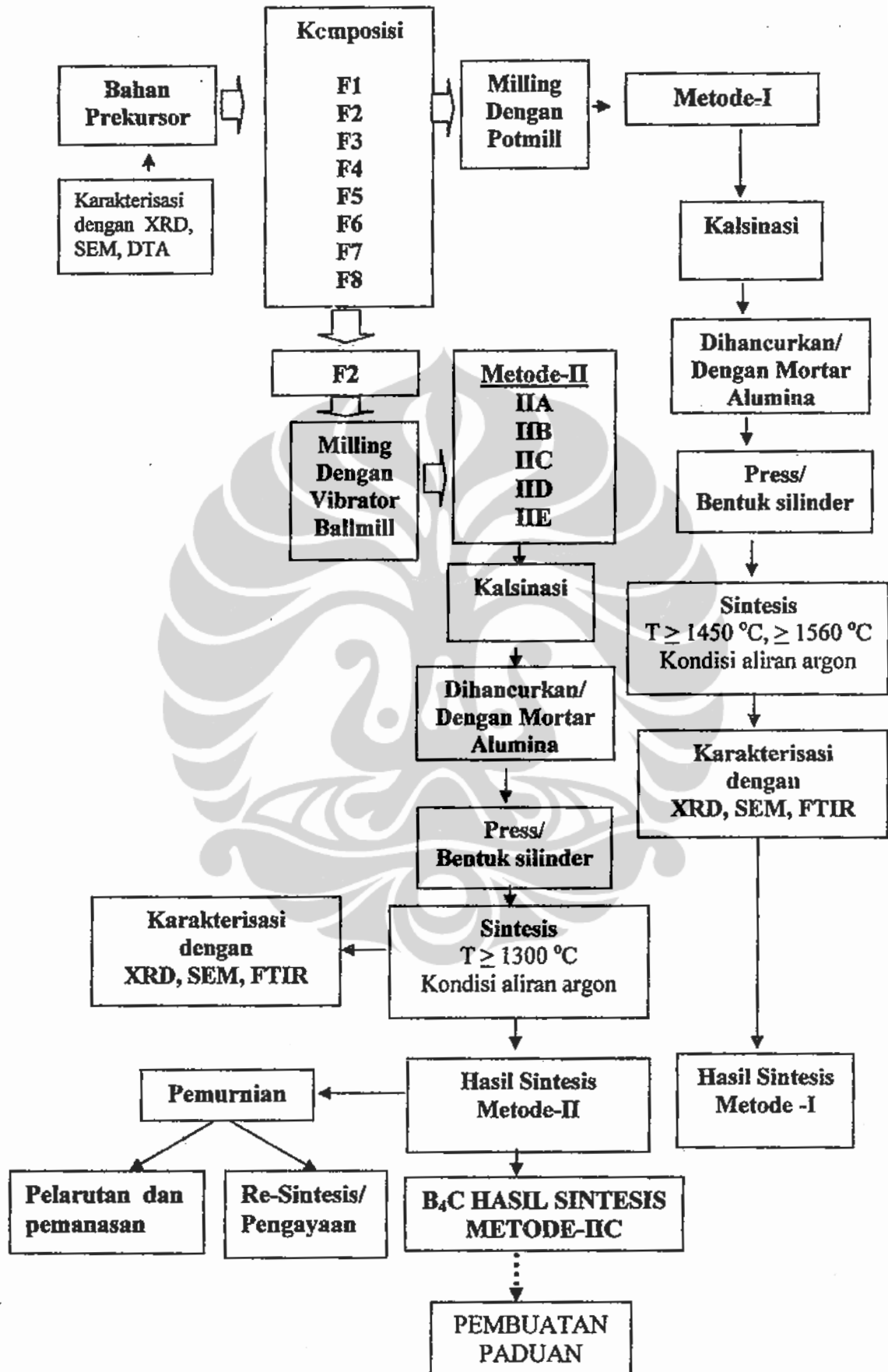
Bahan baku : Asam Borat (H_3BO_3) teknis (buatan Bolivia), Carbon Aktif (C) p.a produk Merck, dan Asam Sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\text{H}_2\text{O}$) p.a produk Merck. Bahan pendukung : Aquadest, aseton, argon, B_4C standar produk Aldrich, B_2O_3 standar produk Aldrich.

3.2.2. Bahan Untuk Pembuatan Paduan.

Bahan baku : Alumina teknis dan titania teknis produk Jepang, B_4C hasil sintesis, *carboxy methyl cellulose* (CMC) teknis produk Jepang. Bahan pendukung : Aquadest, argon.

3.2.3. Perhitungan Komposisi Stokiometri Sintesis.

Proses Penelitian : masing-masing bahan baku ditimbang sesuai perhitungan stokiometri. Reaksi stokiometri berdasarkan persamaan (2-6).^[2] Hasil perhitungan komposisi perbandingan mol Formula F-1 s/d F-8 dapat dilihat pada Tabel 3.1.



Gambar 3.1. Diagram Alir Sintesis Boron Karbida

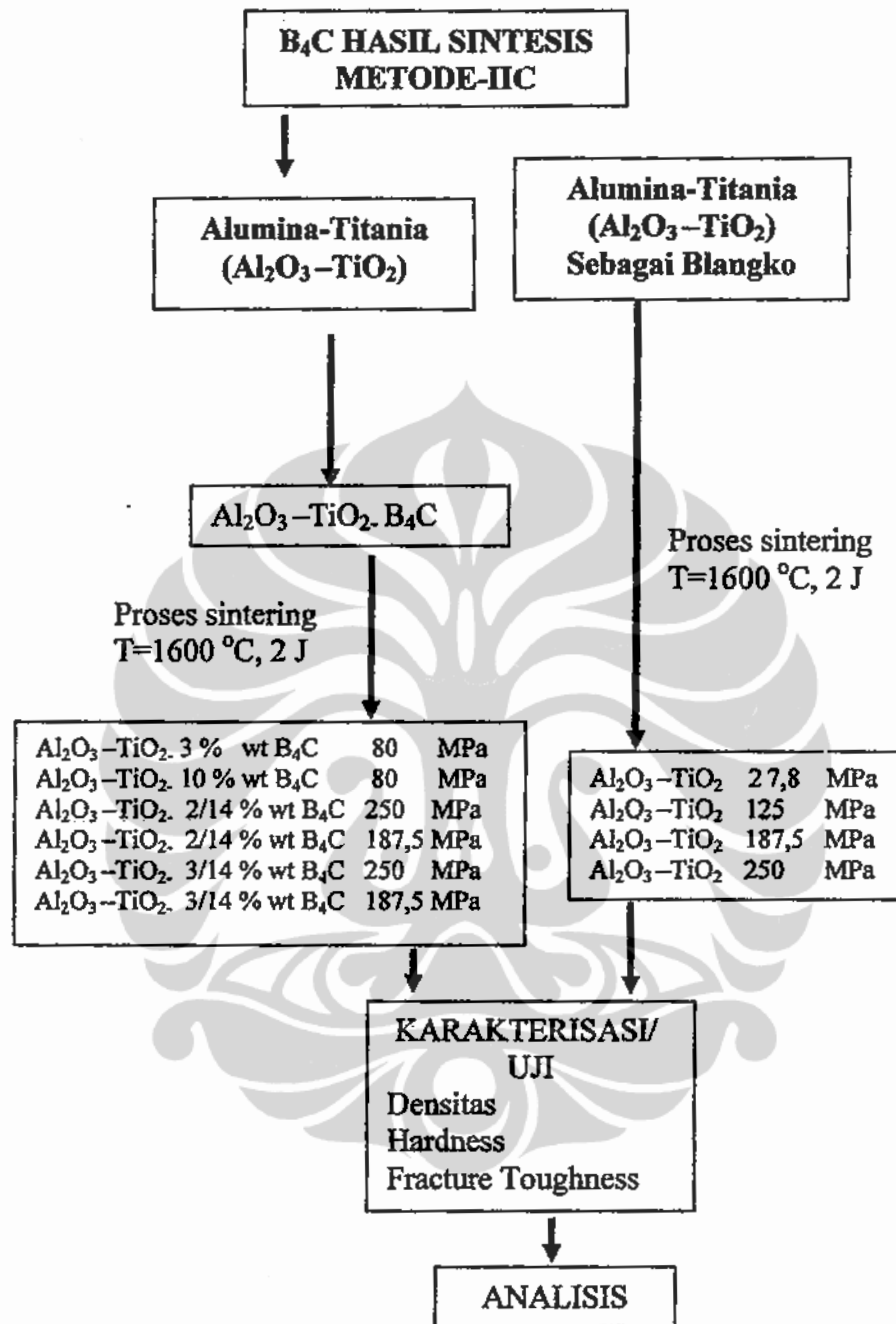
Tabel 3.1. Komposisi Perbandingan Mol Formula F-1 s/d F-8

Formula	H ₃ BO ₃	C	C ₆ H ₈ O ₇ H ₂ O
F-1	4	7	0
F-2	4	6	1
F-3	4	5	2
F-4	4	4	3
F-5	4	3	4
F-6	4	2	5
F-7	4	1	6
F-8	4	0	7

Perhitungan mol prekursor proses sintesis dapat dilihat pada Lampiran 4, dari perhitungan tersebut maka masing-masing komposisi dari F-1 sampai dengan F-8 dapat dilihat pada Tabel 3.2. dibawah ini.

Tabel.3.2. Komposisi Stokiometri Berat (Gram) Bahan Awal dengan Kode Formula F-1 sampai dengan F-8

Formula	H ₃ BO ₃	C	C ₆ H ₈ O ₇ H ₂ O
F-1	24,8	8,4 + 5	0
F-2	24,8	7,2 + 5	3,5
F-3	24,8	6 + 5	7
F-4	24,8	4,8 + 5	10,5
F-5	24,8	3,6 + 5	14
F-6	24,8	2,4 + 5	17,5
F-7	24,8	1,2 + 5	21
F-8	24,8	0	24,5



Gambar.3.2. Diagram Alir Pembuatan Paduan Material Tahan Peluru

3.3. Alat-Alat Yang Digunakan.

Peralatan yang spesifik digunakan dalam penelitian ini adalah : *Potmill* alumina diameter ± 20 cm dengan kapasitas 2 liter; vial diameter 15 cm dan ball mill berbagai ukuran dan mesin milling *Laboratory Disc Mill* merek

Kawasaki/SIEB Technik, tipe 100, 1000 rpm; press hidrolik; tungku (tungku) 1700 °C (rancangan sendiri), ruang bakar 40 x 40 cm, kondisi argon, programable, high temperature, modifikasi program Fuji, kenaikan temperatur 40 °C/menit; tungku temperatur 1600 °C kondisi argon, manual dapat dilihat pada Lampiran 7; tungku temperatur 1300 °C merek Thermolyne tipe 46100; Diffractometer Sinar-X (X-RD) (Phillips Pw 3710/40kv.X-Ray Difraktometer), dilengkapi dengan software APD, di Salemba dengan target Co, di UNS dengan target Cu; di Batan Serpong dengan target Cu; *Differential Thermal Analyzer* (TG-DTA) BATAN Serpong merek Setaram type TG-DTA 9221. *Fourier Transformation Infra Red* (FTIR) tipe Ati Mattson 1001 Fourier Drive- Madison, Wi 537171 USA; *Scanning Electron Microscope* (SEM), merek JEOL; pengukur Densitas (metode archimides) alat yang digunakan neraca analitis; alat uji kekerasan menggunakan *Vickers Hardness* dan uji *fracture toughness* merek Matsuzawa tipe MXP50.

3.4. Metode Sintesis.

Bertitik tolak dari hasil penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya, maka sintesis boron karbida dilakukan dengan metode reduksi karbotermik menggunakan modifikasi bahan reaktan asam borat, karbon aktif, dan asam sitrat. Merujuk pada tujuan penelitian dengan desain penelitian yang telah dibuat, maka dalam penelitian ini ada beberapa metode yang dipaparkan dengan hasil dan analisis masing-masing. Untuk menganalisis hasil sintesis digunakan data base material dari ICDD,^[44] data struktur atom,^[45] dan software GSAS^[46]. Sebagai standar material digunakan difraktogram XRD B₄C dengan kemurnian tinggi buatan Aldrich.

Disamping metode sintesis, dilakukan juga metode pemurnian hasil sintesis dan metode pembuatan paduan material tahan peluru.

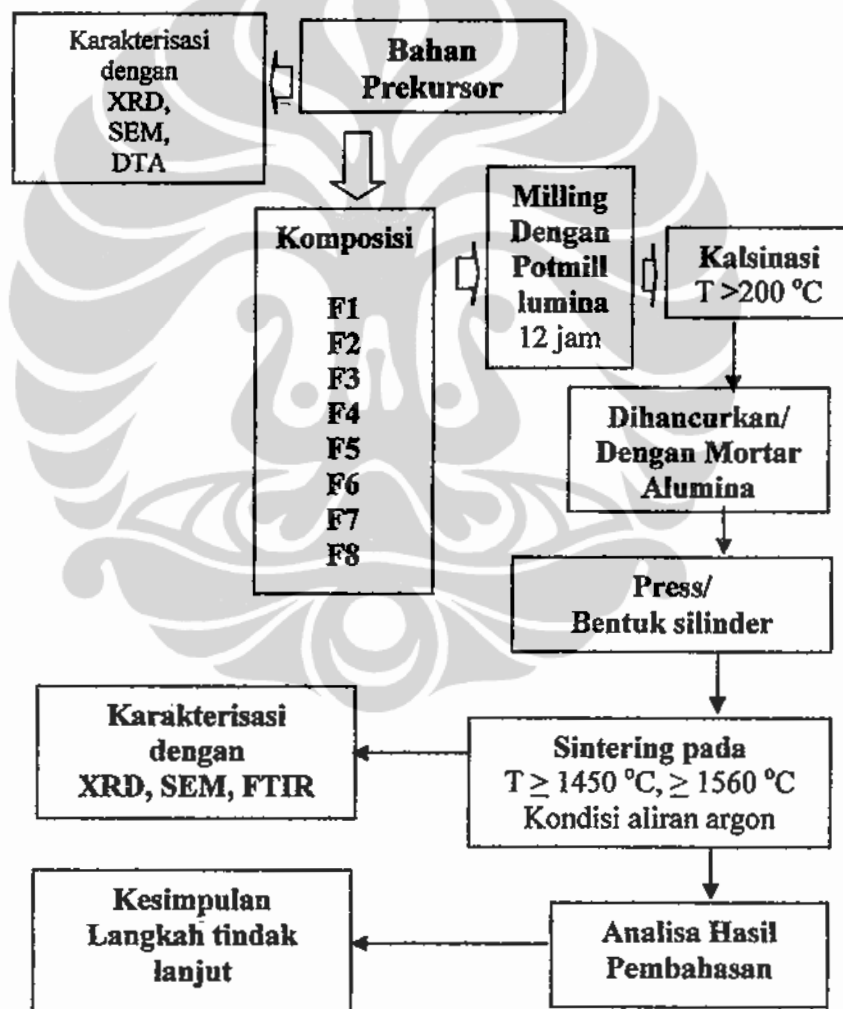
3.4.1. Sintesis B₄C.

Untuk membuat B₄C, dicoba berbagai macam variabel, yaitu komposisi reaktan, temperatur, dan teknik sintesis (teknik pencampuran). Secara garis besar

teknik sintesis dilakukan dua teknik pencampuran yaitu pencampuran menggunakan *potmill* dan pencampuran dengan *vibrator ballmill*.

3.4.1.1. Sintesis B₄C Metode-I.

Proses sintesis Metode-I merupakan tahap optimalisasi komposisi reaktan. Dalam Metode-I ini dibuat 8 (delapan) komposisi yang akan di sinter pada temperatur 1450 °C dan 1560 °C dengan waktu 1-1,5 jam. Diagram alir penelitiannya dapat dilihat pada Gambar 3.3. Tungku saat pembakaran dapat dilihat pada Lampiran 5.



Gambar 3.3. Diagram Alir Metode-I

Sampel tanpa asam sitrat (F-1). Asam borat digerus dengan mortar, ditambah air sedikit demi sedikit sebanyak ± 110 ml sampai membentuk seperti gel. Ditambahkan karbon sedikit demi sedikit sambil terus digerus, sampai

homogen, setelah itu dimasukkan ke dalam potmill alumina untuk dimilling selama 12 jam, kelembutan ± 300 mesh. Campuran reaktan dituang dalam cawan, dimasukkan ke dalam oven temperatur 200 °C selama 1 jam. Setelah dingin sampel digerus sampai menjadi bubuk, kemudian dipress dengan tekanan 2 ton dengan cetakan berbentuk silinder diameter 0.9 cm. Sampel ditata pada tabung alumina yang masing-masing formula diberi sekat pembatas, setelah tertata semua dimasukkan karbon aktif sehingga sampel terpendam oleh karbon aktif, kemudian tabung dimasukkan dalam tungku, dan dialiri gas argon.

Sampel dengan asam sitrat (F-2 s/d F-7). Menimbang asam borat, karbon dan asam sitrat sesuai dengan formula masing-masing. Asam sitrat digerus dahulu, setelah lembut baru dimasukkan asam borat, setelah itu ditambah air sedikit demi sedikit ± 100 ml sampai terbentuk seperti gel. Ditambahkan karbon sedikit demi sedikit sambil terus digerus, sampai homogen. Proses selanjutnya sama dengan F-1

Sampel tanpa karbon (F-8). Menimbang asam borat dan asam sitrat sesuai formula masing-masing. Asam sitrat digerus dulu, setelah lembut baru dimasukkan asam borat, dan ditambah air sedikit demi sedikit ± 100 ml sampai terbentuk seperti gel dan homogen. Selanjutnya perlakuan sama dengan sampel F-1 dan F-2. Setelah semua formula F-1 s/d F-8 telah selesai dibuat, kemudian pembakaran temperatur 1450 °C dan 1560 °C dengan penahanan 1-1,5 jam.

Operasional tungku selama pemanasan dan pendinginan tetap dalam kondisi dialiri gas argon. Setelah dingin, tungku dibuka, dan sampel diambil, dibersihkan dari karbon yang menyelimuti sampel, hasilnya dapat dilihat pada Lampiran-1. Proses selanjutnya adalah karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM. Hasil sintesis dari temperatur 1450 °C dan 1560 °C, yang menghasilkan produk sintesis yang terbaik yaitu *sampel F-2*. Tahap selanjutnya adalah mengulangi proses keseluruhan hanya untuk Formula-2 (F-2) dengan temperatur sintering 1150 °C dan 1300 °C.

3.4.1.2. Sintesis B₄C Metode-II (Milling Dengan Vibrator Milling).

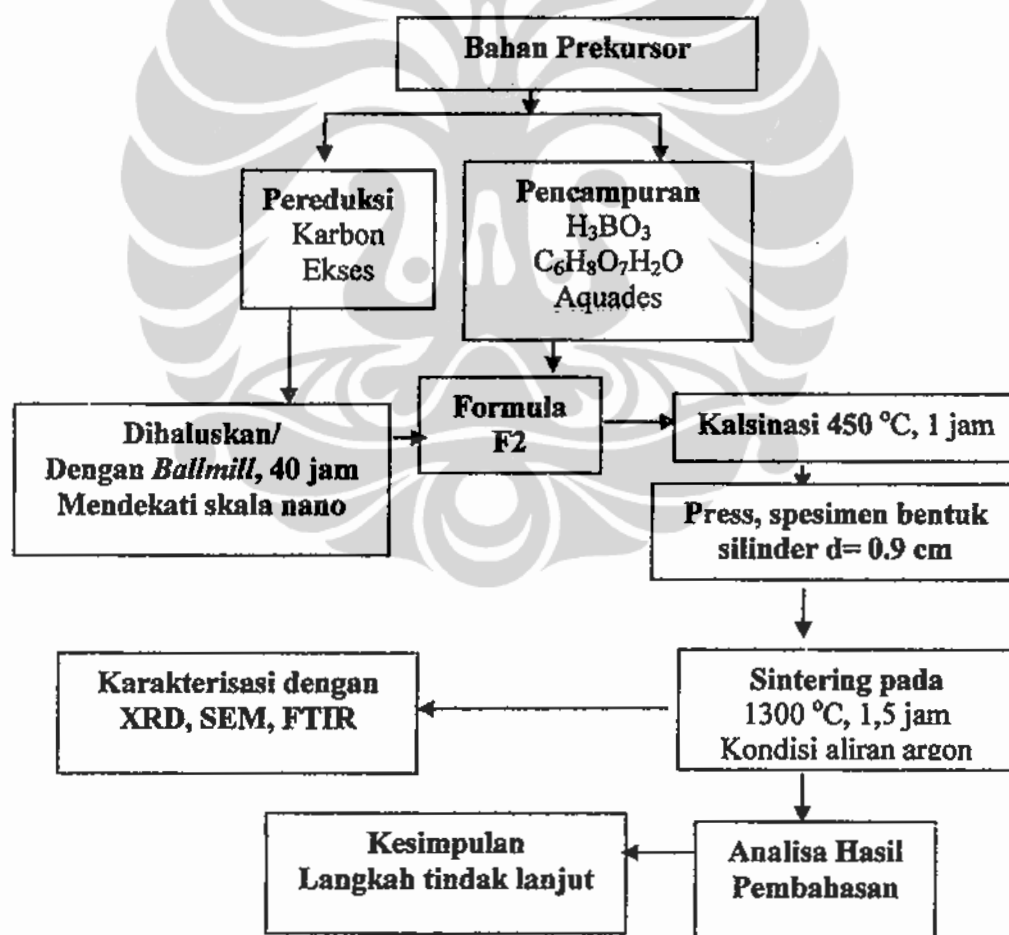
Pada metode-II dilakukan beberapa teknik pencampuran yaitu Metode-IIA, Metode-IIB, Metode-IIC, Metode-IID, dan Metode-IIE. Milling dengan vibrator

milling diharapkan mendapatkan ukuran butir prekursor sangat lembut mendekati nano partikel.^[4]

1. Metode-IIA.

Formula yang digunakan untuk metode penelitian lanjutan ini adalah komposisi yang terbaik dari Metode-I yaitu komposisi F-2 ditambah berlebih karbon, (Asam borat = 24,8 gr; Asam sitrat = 3,5 gr; Carbon aktif = 12,2 gr + 5 gr).

Metode- IIA dan Metode-IIB. Karena hasilnya belum seperti yang diharapkan, maka hanya sekilas dibahas dalam metodologi penelitian ini. Diagram alir dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar.3.4. Diagram Alir Metode-IIA

Karbon dilakukan *milling* selama 40 jam dengan *vibrator ballmill* (dari pengukuran psa ukuran butir 76 % < 1 mikron). Asam sitrat

+ asam borat digerus dengan mortar sampai homogen kemudian tambahkan aquades sedikit demi sedikit sampai larut semua. Kemudian dimasukan karbon aktif hasil milling. Campuran reaktan tersebut lalu dicampur sampai homogen. Selanjutnya sample tersebut ditaruh dalam wadah (pyrex) kemudian dikalsinasi pada temperatur 450 °C selama 1 jam, sampel diberi kode FA-cal. Setelah itu sampel (FA-cal) dihaluskan dengan mortar menjadi powder untuk di press dengan ukuran diameter 0,9 cm dengan tekanan 2 ton, hasilnya berupa pellet lalu dilakukan proses pembakaran (sintesis). Sampel (pellet) dimasukkan dalam tabung kuarsa dengan ukuran diameter $\geq 1,9$ cm, kemudian di flush dengan gas argon, baru dimasukkan pada tungku. Selama pembakaran, vacum terus dijalankan. Kenaikan temperatur 40 °C/ menit, sedangkan penurunan temperatur secara alamiah. Proses sintering dilakukan pada temperatur 1300 °C dengan lama penahanan 1,5 jam. Hasil sintering diberi kode FA-T1300, selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD, SEM, dan FTIR.

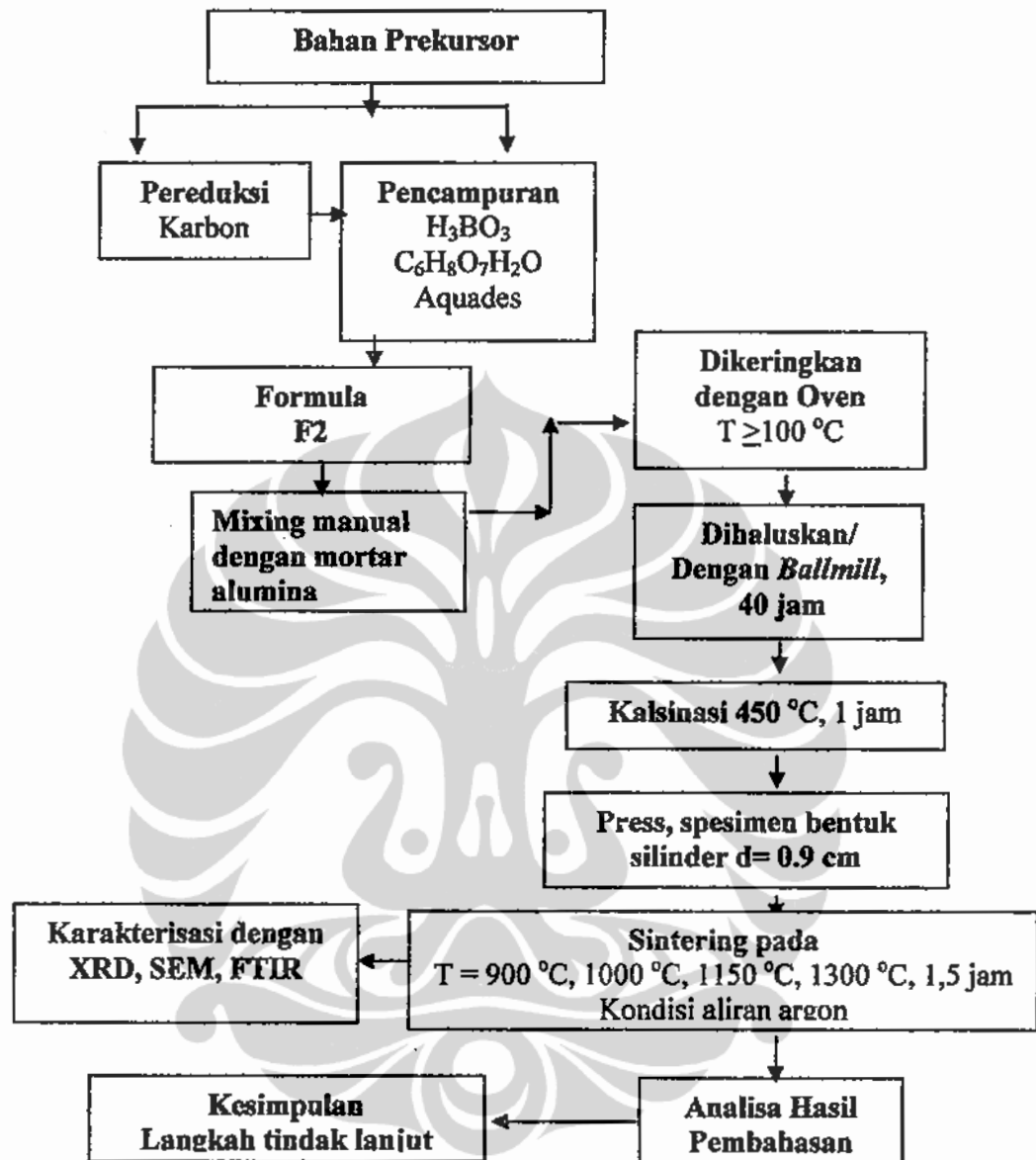
2. Metode-IIB.

Metode-IIB sama dengan Metode-IIA namun asam sitrat diberi berlebih (ekses). Hal ini bertujuan ingin mengetahui optimasi yang didapat dari Metode-I.

Formula yang digunakan untuk penelitian Metode -IIB adalah komposisi Metode-IIA hanya ditambah asam sitrat berlebih sehingga menjadi : (Asam borat = 24,8 gr; Asam sitrat = 3,5 gr + 1,75 gr; carbon aktif milling 40 jam = 12,2 gr). Perlakuan dan kondisi proses tahap demi tahap sama dengan Metode -IIA. Sampel hasil kalsinasi Metode-IIB diberi kode FB-cal, sedangkan hasil sintesis pada temperatur 1300 °C diberi kode FB-T1300, dilakukan karakterisasi dengan XRD.

3. Metode-IIC.

Proses sintesis Metode -IIC adalah mencoba mengoptimasikan temperatur pada Metode-II. Sintesis Temperatur 900 °C, 1000 °C, 1150 °C, dan 1300 °C dengan penahanan 1,5 jam dapat dilihat pada gambar 3.5.



Gambar. 3.5. Diagram Alir Metode-IIC.

Asam borat = 24,8 gr; Asam sitrat = 3,5 gr; Carbon aktif = 12,2 gr. (Karbon yang digunakan adalah karbon yang belum dilakukan milling). Asam sitrat + Asam borat digerus dengan mortar sampai homogen kemudian tambahkan aquadest sedikit demi sedikit sampai larut semua, kemudian ditambahkan karbon aktif dengan terus dihaluskan sampai tercampur homogen. Selanjutnya sample tersebut ditaruh dalam wadah (pyrex) kemudian dikeringkan dengan oven dengan temperatur 100 °C

selama lebih 1 jam, setelah itu sampel di *mill* dengan *ballmill* selama 40 jam (menggunakan 4 macam bola dengan diameter berbeda-beda dengan perbandingan berat bola dan sampel 10 : 1). Setiap 1 jam dilakukan pengamatan posisi sampel dalam *ballmil*. Hasil milling dilakukan kalsinasi pada temperatur 450 °C dengan penahanan 1 jam. Setelah itu sampel diberi kode (FC-cal). Selanjutnya dihaluskan dengan mortar menjadi serbuk untuk selanjutnya dipress dengan ukuran 0,9 cm dengan tekanan 2 ton, hasilnya berupa pellet lalu dilakukan proses sintering. Sampel dimasukkan kedalam tabung kuarsa dengan ukuran diameter $\geq 1,9$ cm, kemudian di *flush* dengan gas argon, baru dimasukkan pada tungku. Selama pembakaran vakum terus dijalankan. Kenaikan temperatur 40 °C/ menit, sedangkan penurunan temperatur secara alamiah. Proses sintesis masing-masing dilakukan pada variasi temperatur 900 °C, 1000 °C, 1150 °C, dan 1300 °C dengan waktu penahanan selama 1,5 jam. Kode hasil sintesis pada masing-masing temperatur adalah F2-T900C, F2-T1000C, F2-T1150C, dan F2-T1300C. Hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan FTIR .

4. Metode-IID (Milling Dengan Pelarut Aseton)

Metode ini menggunakan komposisi dan milling sama dengan Metode-IIC, namun pelarut yang digunakan aseton. Pertama asam sitrat dihaluskan kemudian ditambahkan asam borat, dihaluskan lagi sampai homogen. Selanjutnya dimasukkan karbon aktif dan ditambah aseton sedikit demi sedikit. Setelah itu campuran dimilling selama 40 jam dan secara periodik sampel diperiksa. Setelah itu dipanaskan 150 °C selama 2 jam untuk menghilangkan aseton, kemudian dimilling lagi selama 4-5 jam lalu di press dengan ukuran dies 0.9 cm tekanan 2 ton. Sintesis dilakukan pada temperatur 1300 °C. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan FTIR. Kode sampel F2-T1300D.

5. Metode-IIE.

Metode ini sama dengan metode-IID, hanya pada saat milling menggunakan pelarut aquades. Semua reaktan dicampur dengan aquades

lalu dimilling bersama-sama selama 40 jam. Setelah itu dipanaskan 150 °C sampai kering. Selanjutnya dilakukan sintesis pada temperatur 1300 °C selama 1,5 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR, dan XRD. Sampel hasil sintering diberi kode F2-T1300E.

3.4.2. Pemurnian Hasil Sintesis.

Proses pemurnian dilakukan dua cara yaitu Pemurnian Dengan Menggunakan Pelarut dan Pemanasan, dan Pemurnian dengan Re-sintesis (Pengayaan).

3.4.2.1. Pemurnian Dengan Menggunakan Pelarut dan Pemanasan.^[2]

Proses pemurnian bertujuan untuk memisahkan hasil sisa reaksi (karbon) dan hasil reaksi samping yang berdasarkan analisis dengan GSAS ^[44,45,46] terdiri dari beberapa fasa yaitu B_2O_3 , B_6O , dan logam pengotor. Pemurnian hasil sintesis dilakukan secara bertahap. Pertama menghilangkan B_2O_3 dengan cara sebagai berikut: Sampel hasil sintesis dilarutkan ke dalam air panas mendidih kemudian diaduk, setelah itu disaring, maka B_2O_3 akan terlarut dalam tapisan. Kemudian untuk menghilangkan logam pengotor dan sisa reaksi, dicuci dengan HCl dan NaOH, kemudian dikeringkan pada temperatur 110 °C. Untuk menghilangkan sisa karbon dilakukan pemanasan pada temperatur 700 °C selama 30 menit.^[2] Sampel hasil pemurnian diberi kode F2-T1300E-M lalu diuji dengan FTIR.

3.4.2.2. Pemurnian Dengan Proses Re-sintesis (Pengayaan).

Proses pengkayaan bertujuan untuk menambah pembentukan B_4C dengan cara mereduksi sisa reaksi menjadi B_4C , sehingga B_4C yang dihasilkan bertambah dan sisa reaksi berkurang. Caranya adalah hasil sintesis dengan kode sampel (F2-T1300E) dilakukan milling lagi selama 20 jam. Setelah itu di press dengan tekanan 2 Mpa membentuk pellet. Setelah itu disinter lagi pada temperatur 1300 °C selama 1,5 jam dengan kondisi argon sama seperti sintesis pertama. Hasilnya dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR. Hasil proses pengayaan ini diberi kode F2-T1300E-PM.

3.5. Pembuatan Paduan/Komposit Alumina-Titania.

Bahan dasar adalah alumina-titania (Bahan A), ditambah dengan B₄C hasil sintesis (B) dengan persen berat (B₄C) bervariasi, mulai dari ± 3 %, 10 %, 16,66 %, 27,27 %, dan blangko (Alumina-titania).

Kode Sampel :

Blangko dengan berbagai tekanan pada spesimen :

- Sp-0A = 100 % A (27,8 MPa)
- Sp-0B = 100 % A (125 MPa)
- Sp-0C = 100 % A (187,5 MPa)
- Sp-0D = 100 % A (250 MPa)

Spesimen paduan alumina titania-boron karbida (hasil sintesis)

- Sp-1 = 50 gr A + 1.5 gr B, (3 %), (80 MPa)
- Sp-2 = 40 gr A + 4 gr B, (10 %), (80 MPa)
- Sp-3 = 12 gr A + 2 gr B, (16,66 %), (250 MPa)
- Sp-4 = 12 gr A + 2 gr B, (16,66 %), (187,5 MPa)
- Sp-5 = 11 gr A + 3 gr B, (27,27 %), (250 MPa)
- Sp-6 = 11 gr A + 3 gr B, (27,27 %), (187,5 MPa)

Bahan A dan B dicampur kemudian ditambah dengan aquades, selanjutnya dimilling selama 40 jam dalam mangkok dan bola-bola stainless steel dengan perbandingan berat sampel dan bola 1 : 10. Setelah itu sampel diambil dan dipanaskan dalam oven dengan temperatur 150 °C selama 4 jam. Kemudian dimilling lagi 2 jam dan dipanaskan lagi dalam oven 150 °C selama 4 jam sampai kandungan air serendah mungkin. Lalu dimilling lagi selama 3 jam kemudian diayak. Setelah itu ditambahkan 1 gram gel *carboxy methyl cellulose* (CMC), gel CMC dibuat dari 2 gram CMC powder dilarutkan dalam 40 ml aquades, diaduk, dan didiamkan selama 1 hari. Setelah sampel tercampur baik dan homogen lalu diayak lagi berulang-ulang sampai sampel paduan tersebut benar-benar homogen. Selanjutnya dibiarkan 1 hari, setelah itu di press dengan ukuran dais 18 x 18 mm. Pada tahap awal, untuk mendapatkan hasil cetakan yang terbaik maka dicoba dipress dengan beberapa tekanan yaitu 23,8 MPa, 27,8 MPa, 80 MPa, 187,5 Mpa dan 250 MPa. Spesimen kemudian dibiarkan di udara terbuka selama 1 hari.

Setelah itu dilakukan proses sintering dengan tahapan sebagai berikut : Pertama dipanaskan pada temperatur 120 °C ditahan 2 jam, kemudian pemanasan dilanjutkan sampai temperatur 1600 °C ditahan selama 2 jam, dengan kecepatan pemanasan 40 °C/ menit. Selama pemanasan dan penurunan temperatur kondisi dalam aliran gas argon. Spesimen hasil sinter lalu diukur densitasnya, dilakukan uji *hardness*, modulus elastisitas, dan *fracture toughness*. Diagram alir pembuatan paduan alumina-titania-B₄C dapat dilihat pada Gambar 3.6.

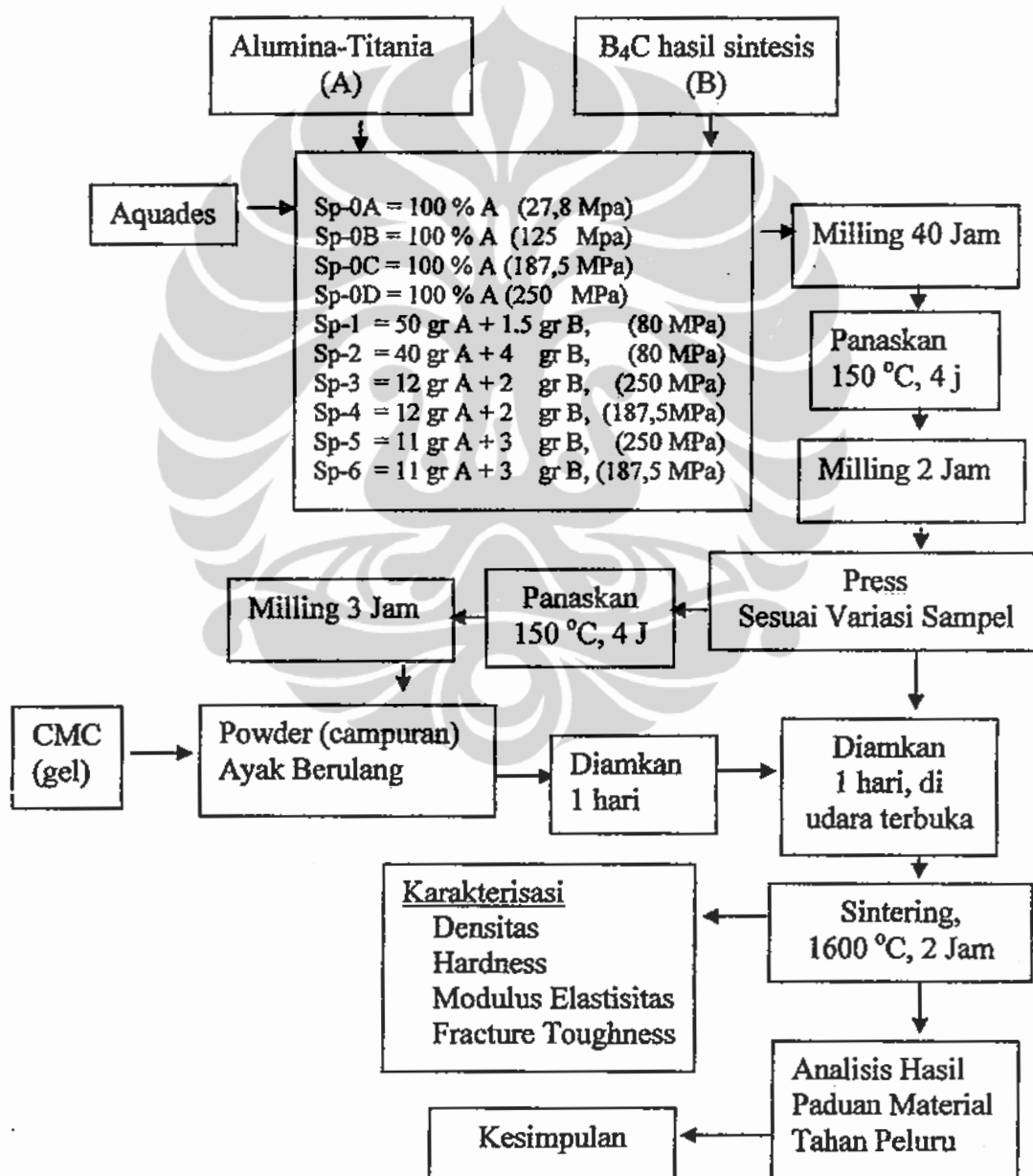
3.6. Karakterisasi Bahan dan Hasil Penelitian.

Karakterisasi bahan awal dan hasil sintesis dilakukan menggunakan XRD, DTA, FTIR, dan SEM. Untuk pengujian plate paduan yang mengindikasikan ketahanan terhadap impak peluru digunakan beberapa pengujian diantaranya adalah densitas, kekerasan (*Vickers Hardness*), *Modulus Elastisitas (E)*, dan *Fracture Toughness (K_{1c})*.

3.6.1. Analisa Fasa dengan X-Ray Diffraction (XRD).

Metode penentuan struktur kristal material yang berdasarkan hukum Bragg,^[47] menjadi metode yang banyak digunakan dalam karakterisasi material. Bahan yang dianalisa adalah bahan reaktan, bahan hasil kalsinasi dan bahan hasil sintesis. XRD dilakukan di UI Salemba, UNS, dan Batan. Sampel untuk analisa XRD berupa bubuk dipress pada kaca preparat yang sudah dilapisi double selotip. Pastikan sampel merata dan kompak pada kaca preparat. Selanjutnya sampel tersebut dijepit pada sampel holder pada peralatan XRD. Untuk peralatan XRD di UI Salemba menggunakan tube anoda Co, K α panjang gelombang = 1,778 Å, arus 30 mA, tegangan 40 kV, sudut $2\theta = 15^\circ - 80^\circ$. XRD UNS dan Batan menggunakan tube anoda Cu K α panjang gelombang = 1,5772 Å. Sudut $2\theta = 15^\circ - 100^\circ$. Untuk di Salemba software yang digunakan adalah APD (Automatik Powder Diffraction) dilengkapi dengan PC (Personal Computer). Cara kerja XRD menggunakan hukum Bragg yaitu $\lambda = 2 d \sin\theta$. dimana λ adalah panjang gelombang, d adalah jarak antara bidang, dan θ adalah sudut difraksi. Dari puncak-puncak yang dihasilkan dapat dilihat kecocokannya pada data ICDD menggunakan software PCPDFWIN.^[44] Data 2θ dengan puncak-puncaknya dari

hasil XRD kemudian dianalisis dengan software General Structure Analysis System (GSAS)^[46] untuk menentukan struktur kristal dari fasa-fasa dari sampel tersebut. Sebelum memasukan data ke GSAS maka data dari XRD dirubah ke bentuk raw atau bentuk extension yang lain menggunakan software Bella versi 2.21. yang dikembangkan oleh Dr. M. Hikam dari FMIPA UI-Indonesia. Dengan cara tersebut maka fasa-fasa dari material dalam sampel tersebut dapat diketahui.



Gambar 3.6. Diagram Alir Pembuatan Paduan Alumina-Titania-B₄C

3.6.2. Analisa Struktur Mikro Dengan Scanning Electron Microscope (SEM).

Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau dari lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Kata kunci SEM adalah *scanning* yang berarti bahwa berkas elektron "menyapu" permukaan spesimen, titik demi titik dengan sapuan membentuk garis demi garis, mirip dengan gerakan mata yang membaca. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkannya adalah dari titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh SE detektor dan kemudian diolah dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Scanning coil yang mengarahkan berkas elektron bekerja secara sinkron dengan pengarah berkas elektron pada tabung layar TV, sehingga didapatkan gambar permukaan spesimen pada layar TV. Sinyal lain yang penting adalah *back scattered electron* yang intensitasnya tergantung pada nomor atom unsur yang ada pada permukaan spesimen. Dengan cara ini akan diperoleh gambar yang menyatakan perbedaan unsur kimia : warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya.^[48]

3.6.3. Analisa dengan Spectrofotometer FTIR.

FTIR yang digunakan adalah FTIR di Fakultas Teknik UI Depok. Spectrofotometer Fourier Transformation Infra Red (FTIR) bekerja dengan melewatkan radiasi infra merah (IR), yang telah didispersikan oleh grating, menembus cuplikan yang kemudian akan ditangkap oleh detektor, kemudian hasilnya dicatat pada kertas recorder. Suatu senyawa dapat terdeteksi dengan Spectrofotometer IR apabila vibrasi senyawa tersebut mengakibatkan perubahan momen dipol antar atomnya. Metode yang dipakai adalah metode pellet KBr. Menimbang 200 mg KBr digerus sampai halus. Sampel sebanyak 3 mg digerus sampai halus dan homogen. Kemudian sampel ditaruh pada cetakan dan ditekan 10 ton selama 1 menit. Setelah sampel siap, komputer dipasang pada FTIR masing-masing dihubungkan dengan listrik. Komputer dihidupkan sampai muncul

program windows, hubungkan dengan FTIR tunggu kurang lebih 15 menit. Sampel diletakan pada tempatnya untuk siap dilakukan scanning, komputer menanyakan nama file, ketik nama file sesuai sampel nya, kemudian tekan enter maka akan muncul puncak-puncak secara otomatis. Sumbu X adalah wave numbers satuan (cm^{-1}) sumbu Y adalah absorbansi atau *transmittance* dengan satuan %..^[49,50]

3.6.4. Analisa dengan *Differential Thermal Analysis* (DTA).

DTA yang digunakan adalah di Batan Serpong merek Setaram. Bahan yang dianalisa adalah bahan reaktan (asam borat, karbon aktif, asam sitrat) dan B_4C Aldrich. Instrumen DTA terdiri dari sampel, referensi, thermocouple, inert gas & tungku. Yang diukur pada DTA adalah perbedaan temperatur antara sampel dengan referensi selain pemanasan atau pendinginan, lalu perbedaan temperatur in akan digambarkan dalam bentuk grafik sebagai fungsi waktu atau temperatur. DTA dapat digunakan untuk mempelajari sifat thermal dan perubahan fasa.

3.6.5. Pengukursn Densitas. (Metode Archimides).

Alat yang digunakan neraca analitis, tali penggantung, dan penampung air dari bahan akrilik/kaca, dan media air. Rumus yang digunakan adalah sebagai berikut :

$$\rho = M_d \rho_m (1/M_s - M_i) \dots\dots\dots (3-1)$$

dimana :

ρ = densitas sample

$\rho_m = \rho_{(H_2O)}$

M_d = masa kering (*drying*) sample setelah di oven pada titik uap air temperatur 100 °C (karena medium yang digunakan adalah air)

M_s = masa sample jenuh (*saturation*) setelah di rendam dalam air sampai tidak mampu menyerap air lagi.

M_i = masa sample dicelup (*immerse*) digantung di dalam air (tidak sampai tenggelam, tetapi ada pengaruh gaya apung dari air)

3.6.6. Pengujian Kekerasan dan *Fracture Toughness*.

Uji kekerasan Vickers^[51] menggunakan penumbuk piramida intan yang dasarnya berbentuk bujur sangkar, dapat dilihat pada Gambar 3.7. Besarnya sudut antara permukaan-permukaan piramid yang saling berhadapan adalah 136°. Sudut ini dipilih, karena nilai tersebut mendekati sebagian besar nilai perbandingan yang diinginkan antara diameter lekukan dan diameter bola penumbuk pada uji kekerasan Brinell-1. Karena bentuk penumbuknya piramid, maka pengujian ini sering dinamakan uji kekerasan piramida intan. Angka kekerasan piramida intan (DPH), atau angka kekerasan vickers (VHN atau VPH), diidefinisikan sebagai beban dibagi luas permukaan lekukan. Pada prakteknya, luas ini dihitung dari pengukuran mikroskopik panjang diagonal jejak. DPH dapat ditentukan dari persamaan berikut :

$$\text{DPH} = \frac{2 P \sin (\theta / 2)}{L^2} = \frac{1,854 P}{L^2}$$

$$\text{Atau} \quad HV = \frac{1,8544 \cdot P}{d^2} \dots\dots\dots (3-2)$$

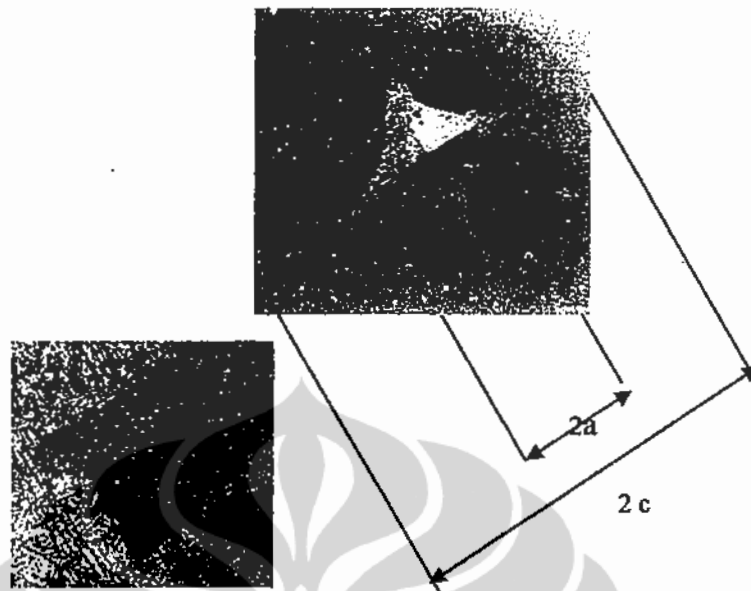
Dimana :

HV = Vickers Hardness, HVN, GPa.

P = Loading (beban) (N)

d = Jarak Diamond (μm)

θ = Sudut (136 °)



Gambar 3.7. Pengujian Vickers Hardness dan Fracture Toughness. Sebelah kiri hasil indenter pengujian hardness vicker. Sebelah kanan : hasil indenter vicker dan fracture sample uji.

Uji fracture toughness/ ketangguhan (toughness),^[52] gambar dapat dilihat pada Gambar 3.7 dan skema alat pengujian dapat dilihat pada Gambar 3.8. Material keramik adalah suatu sifat yang berkaitan dengan kemampuan material untuk menahan penjaralan retak mikro. Semakin besar nilai ketangguhan material keramik maka material tersebut cenderung menuju sifat ductile, tetapi bila semakin kecil nilai ketangguhannya maka material keramik lebih cenderung bersifat getas (brittle).^[53] Salah satu cara untuk mengukur nilai ketangguhan material keramik digunakan metoda indenter Vickers, dengan metoda seperti mengukur kekerasan vicker, diamati juga panjang retak mikro yang terjadi pada saat setelah penekanan dengan indenter. Nilai ketangguhan K_{Ic} dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :^[54,55]

$$K_{Ic} = 0,016 \sqrt{E/H} (P/C^{3/2}) \quad \dots\dots\dots (3-3)$$

Dimana :

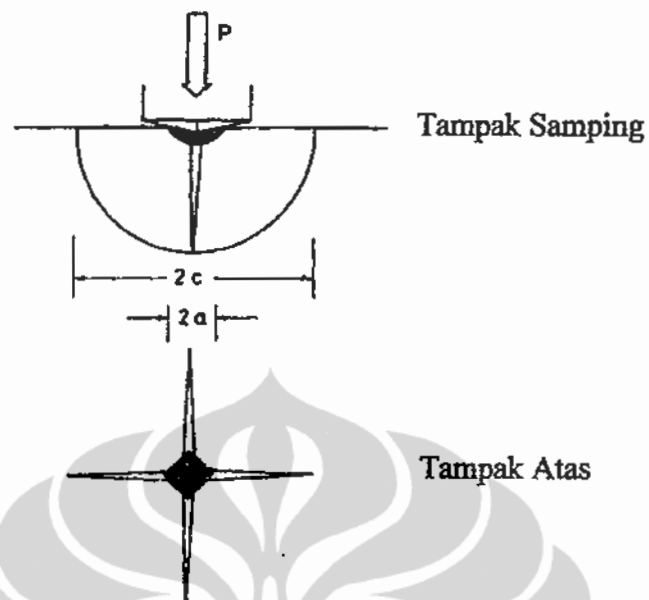
K_{Ic} = Fracture Toughness

E = Modulus Elastisitas

H = Hardness

P = Loading (beban)

C = Panjang Retakan



Gambar 3.8. Skema pengujian *fracture toughness* dengan metode indentasi.

Keterangan : $2c$ adalah panjang retak sampel dari ujung ke ujung retakan;
 $2a$ adalah jarak indentasi diagonal sampel.

BAB 4

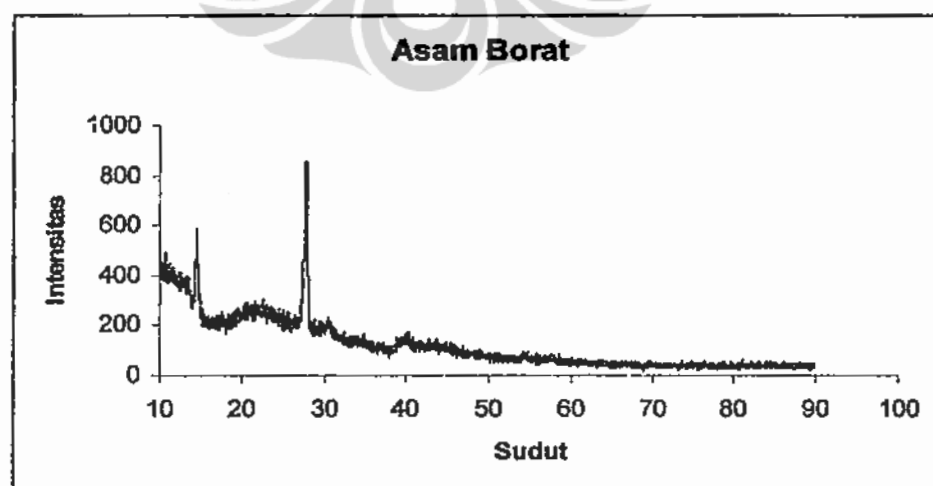
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. Karakterisasi Bahan Reaktan dengan XRD, DTA, SEM.

Karakterisasi yang dilakukan terhadap boron karbida hasil sintesis dari asam borat, karbon aktif, dan asam sitrat dengan metode reduksi karbotermik memperlihatkan hasil yang cukup signifikan dari setiap metoda dan teknik yang dilakukan. Perbedaan hasil masing-masing metoda dapat dipakai sebagai acuan didalam menentukan proses sintesis selanjutnya. Temperatur, komposisi reaktan, dan teknik sintesis sangat menentukan hasil sintesis. Dari fasa-fasa yang terbentuk dapat dianalisis bahwa setiap metode menunjukkan hasil yang spesifik.

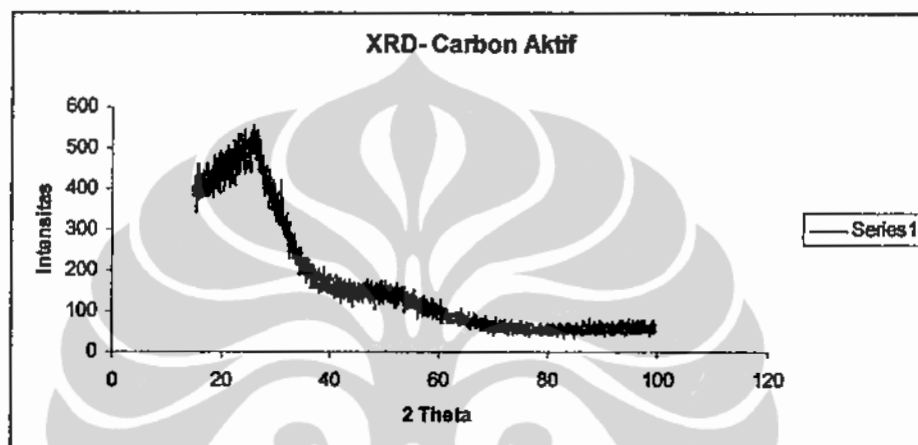
4.1.1. XRD Bahan Reaktan : Asam Borat, Karbon Aktif, dan Asam Sitrat.

Pola difraksi bahan awal menggunakan sinar-X dengan target Co. Difraktogram asam borat yang diperlihatkan dalam Gambar 4.1. dianalisis dengan data ICDD^[44] (PDF 30-0620) mempunyai tiga puncak tertinggi pada bidang h k l (0 1 0), (0 0 2), dan (4 $\bar{2}$ 1), grup ruang $P\bar{1}(2)$ struktur kristal ortorombik, dengan parameter kisi $a = 7,050 \text{ \AA}$, $b = 7,050 \text{ \AA}$, $c = 6,570 \text{ \AA}$.



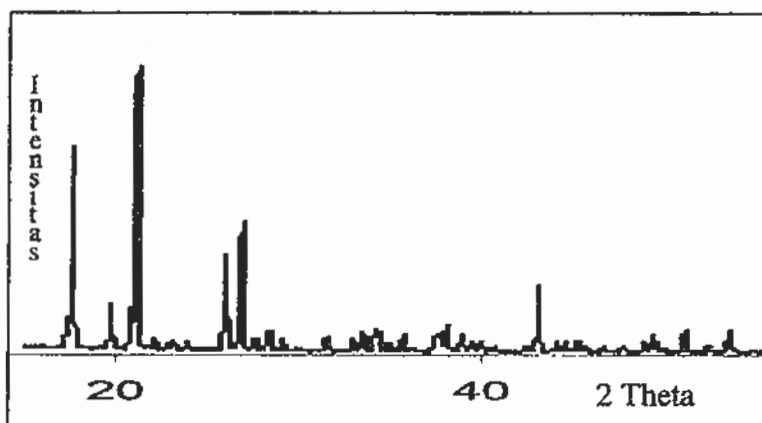
Gambar 4.1. Difraktogram Asam Borat. XRD dengan anoda Co

Difraktogram karbon aktif yang diperlihatkan dalam Gambar 4.2 tidak menunjukkan kristal yang jelas (mendekati amorf) namun dari peak yang ada dicocokkan dengan data ICDD^[44] (PDF 41-1487) mempunyai tiga puncak tertinggi pada bidang h k l (0 0 2), (1 0 1), dan (0 0 4), grup ruang P6₃/mmc (194) struktur kristal heksagonal, dengan parameter kisi $a = 2,470 \text{ \AA}$, $b = 2,470 \text{ \AA}$, $c = 6,724 \text{ \AA}$.



Gambar. 4.2 Difraktogram Karbon Aktif. XRD dengan anoda Co

Difraktogram asam sitrat yang diperlihatkan dalam Gambar 4.3, dari peak yang ada dicocokkan dengan data ICDD^[44] (PDF 16-1157) mempunyai tiga puncak tertinggi pada bidang $(\bar{1} 1 1)$, $(\bar{3} 1 3)$, dan $(\bar{2} 0 1)$, grup ruang P2₁/a (14) struktur kristal monoklinik, dengan parameter kisi $a = 12,810 \text{ \AA}$, $b = 5,624 \text{ \AA}$, $c = 11,460 \text{ \AA}$. Pola difraksi bahan awal secara keseluruhan dapat dijelaskan pada tabel 4.1.



Gambar 4.3 Difraktogram Asam Sitrat. XRD dengan anoda Co.

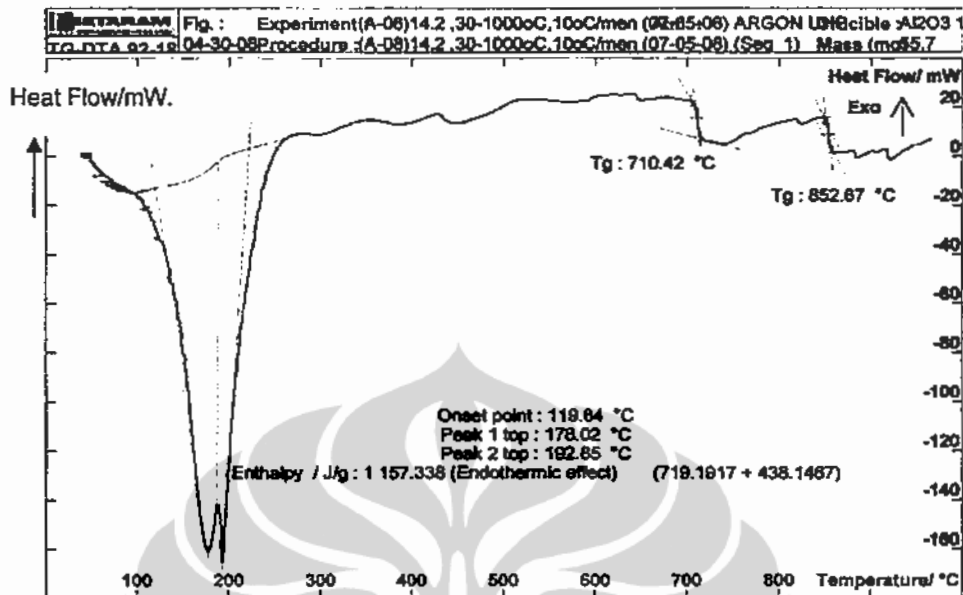
Tabel 4.1. Karakteristik pola difraksi sinar-X bahan reaktan

Nama Bahan	Fasa	Sp Group	Parameter Kisi	Sistem Kristal
Asam Borat	H ₃ BO ₃	P $\bar{1}$ [2]	a = 7,050 Å b = 7,050 Å c = 6,570 Å	Ortorombik
Karbon Aktif	C	P6 ₃ /m m c	a = 2,470 Å b = 2,470 Å c = 6,724 Å	Heksagonal
Asam Sitrat	C ₆ H ₈ O ₇	P2 ₁ /a [14]	a = 12,810 Å b = 5,624 Å c = 11,460 Å	Monoklinik

Karena reaksi secara thermal, maka asam borat dan asam sitrat berbagai struktur hanya diperlukan/dilihat dari kelarutannya saja, sehingga struktur apapun sama karena struktur apapun kelarutannya tidak jauh beda, yang penting terbentuknya B₂O₃ dalam satu fasa kristalin, Sehingga reaksi termalnya akan mengarah kesesuai persamaan reaksi (2-20), 2-21), (2-22), dan (2-23) ^[1,11] :

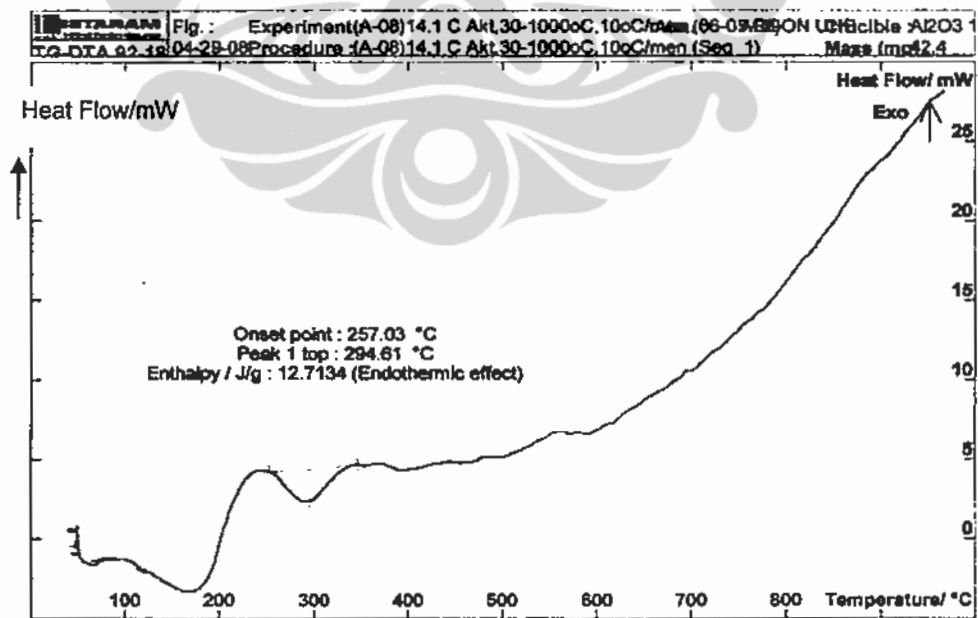
4.1.2. DTA Bahan Reaktan.

Hasil DTA asam borat seperti diperlihatkan dalam Gambar 4.4. pada temperatur 30 °C s/d 1000 °C terlihat adanya puncak endotermis pada beberapa temperatur. Pada temperatur 119,84 °C; -178,02 °C; -192,85 °C. Pada temperatur 710,42 °C terjadi transisi *glass* (T_g). Berikutnya terjadi pelepasan air pada temperatur 119,84 °C. Pada temperatur 178,02 °C terjadi transformasi fasa dan pada temperatur 192,85 °C terjadi transformasi yang ke dua membentuk asam metaborat atau HBO₂. Asam metaborat adalah suatu bentuk padatan berwarna putih dengan sistim kristalin kubik dan sedikit larut dalam air. Titik leburnya sekitar 236 °C, ketika dipanaskan di atas temperatur 300 °C akan mengalami kehilangan air dan membentuk Asam Tetraborat atau Asam Pyroborat (H₄ B₄ O₇). ^[37].



Gambar 4.4. Pola DTA Asam Borat.

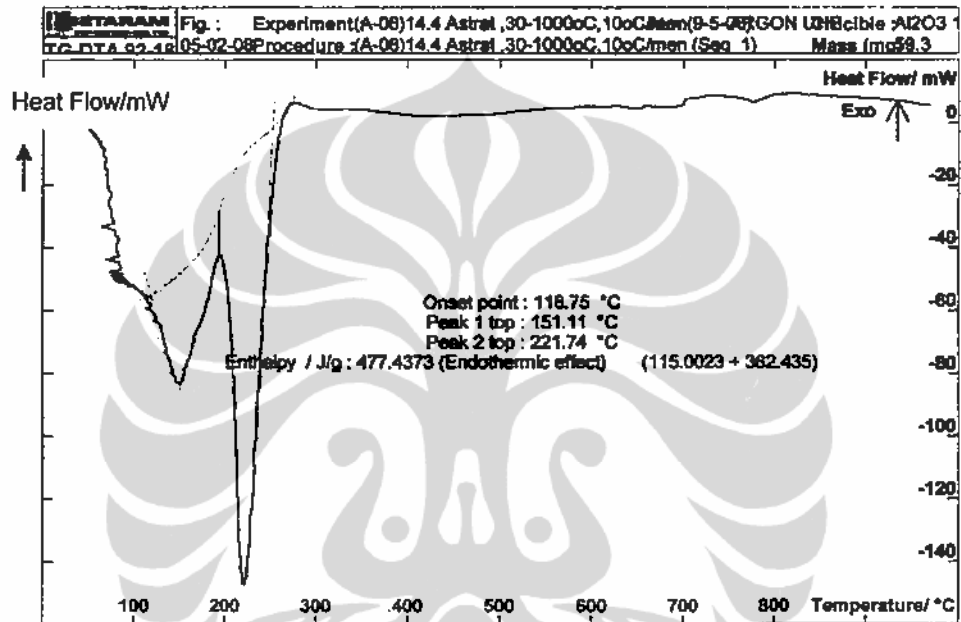
Pola DTA Karbon Aktif pada Gambar 4.5. memperlihatkan puncak endotermis pada temperatur 257,03 °C –294,61 °C yang merupakan pelepasan air.



Gambar 4.5. Pola DTA. Karbon Aktif.

Pola DTA Asam Sitrat pada Gambar 4.6. memperlihatkan puncak endotermis pada temperatur 118,75 °C; – 151,11 °C; – 221,74 °C. Terlihat pada kurva

mulai terjadi perubahan fasa pada 70 °C (T_g) merupakan transisi padat dan puncak pertama (endothermic effect) terjadi pada temperatur 118,75 °C merupakan titik lebur (T_m) merupakan transisi padat ke cair dan terulang pada temperatur 221,74 °C dan asam sitrat mulai melepaskan air dan pemutusan ikatan. Selanjutnya asam sitrat akan terurai menjadi karbon, gas karbon monoksida dan air.^[12]



Gambar .4.6. Pola DTA Asam Sitrat.

4.1.3. Scanning Electron Microscope (SEM) Bahan Reaktan.

Foto SEM asam borat pada Gambar 4.7 memperlihatkan butiran yang tajam-tajam dan agak mengkilap. Foto SEM karbon aktif Gambar 4.8 memperlihatkan gumpalan-gumpalan sehingga morfologi dan besarnya butir kurang dapat teramati. Foto SEM asam sitrat pada Gambar 4.9, karena meleleh waktu di scanning, maka morfologinya tidak terang.



Gambar : 4.7 Foto SEM Asam Borat



Gambar : 4.8. Foto SEM Karbon Aktif



Gambar : 4.9. Foto SEM Asam Sitrat

4.2. Hasil dan Pembahasan Hasil Sintesis.

Secara garis besar hasil penelitian ada dua yaitu hasil sintesis B_4C dan hasil paduan B_4C pada alumina-titania. Penelitian tentang sintesis boron karbida dengan metode reduksi karbotermik dilakukan beberapa metode/teknik pencampuran disamping variabel temperatur dan komposisi reaktan. Beberapa metode dilakukan untuk mendapatkan optimasi hasil boron karbida seperti yang diharapkan. Hasil yang didapat dengan beberapa metode sebagai berikut :

1. Metode-I (pencampuran reaktan dilakukan menggunakan potmill), hasil dari komposisi reaktan terbaik adalah kode sampel F-2 temperatur sintesis $1560\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2. Metode-IIA (Komposisi F2, karbon dimilling dahulu dengan vibrator milling selama 40 jam) + karbon berlebih).
3. Metoda-IIB (Komposisi F2, karbon dimilling dahulu dengan vibrator milling selama 40 jam) + asam sitrat berlebih).
4. Metode-IIC (Komposisi F-2, pencampuran reaktan dilakukan menggunakan vibrator milling, proses milling kering). Sintesis dilakukan pada temperatur 900 °C, 1000 °C, 1150 °C, dan 1300 °C.
5. Metode-IID (Komposisi reaktan F-2, pencampuran reaktan dilakukan menggunakan vibrator milling, proses milling basah dengan pelarut aseton). Sintesis hanya dilakukan pada temperatur 1300 °C.
6. Metode-IIE (Komposisi reaktan F-2, pencampuran reaktan dilakukan menggunakan vibrator milling, proses milling basah dengan pelarut aquades). Sintesis hanya dilakukan pada temperatur 1300 °C.

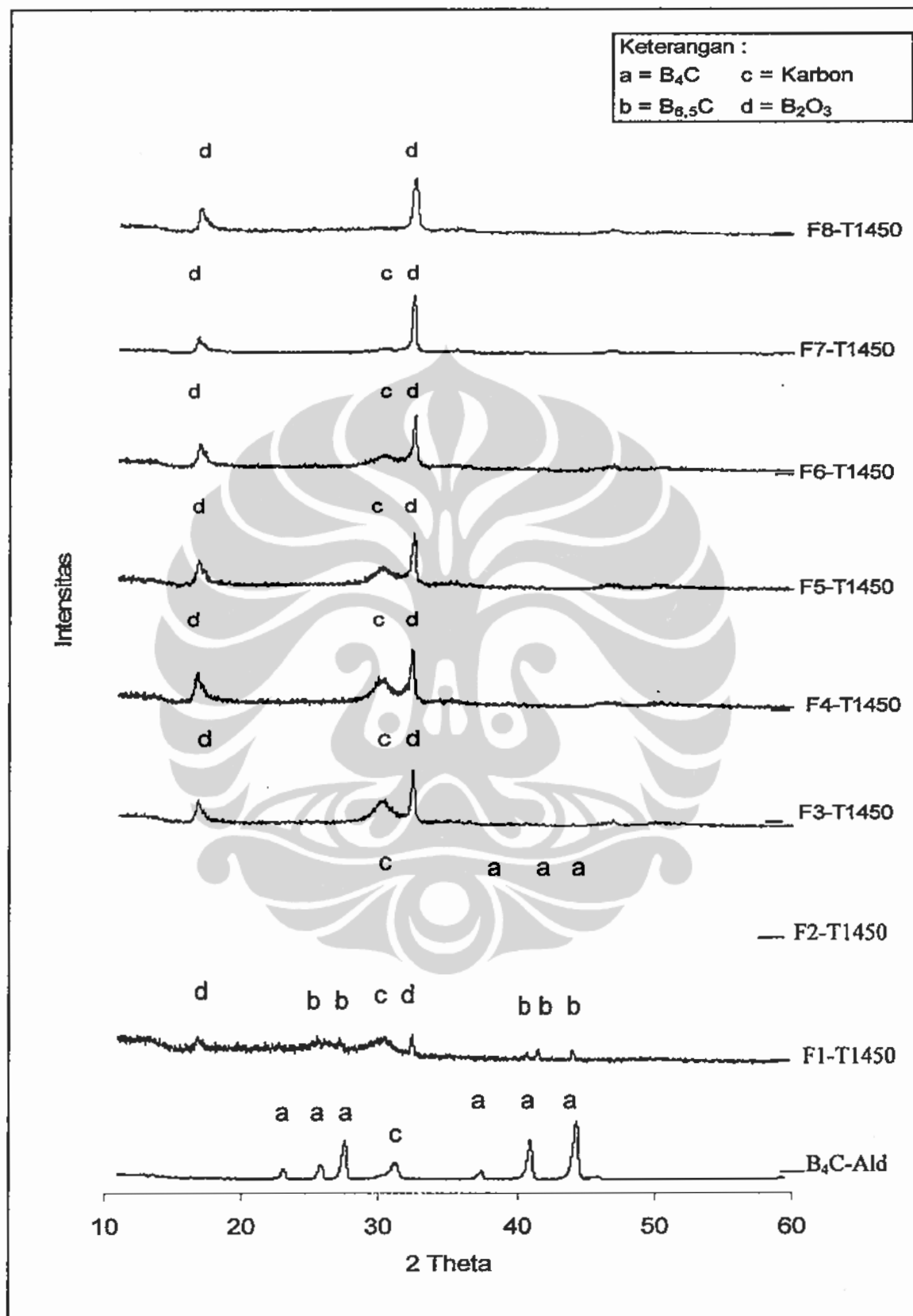
4.2.1. Pembahasan Hasil Sintesis Dengan XRD.

4.2.1.1. Hasil Sintesis Metode-I.

1. Hasil Sintesis pada Temperatur 1450 °C.

Pola difraksi sinar-X hasil sintesis dengan Metode-I untuk komposisi sampel F-1 s/d F-8 pada temperatur 1450 °C dan pola difraksi B_4C dari Aldrich dapat dilihat pada Gambar 4.10.

Pola difraksi B_4C Aldrich identik dengan data B_4C pada ICDD^[44] (PDF 011163). Dari hasil GSAS ternyata masih ada karbon pada 2 theta 30,156 (fasa karbon PDF 411487). Pola difraksi menunjukkan perbedaan yang nyata antara masing-masing formula. Pada F1 (asam borat + karbon) sudah menunjukkan adanya puncak-puncak karakteristik boron karbida tetapi dari hasil analisis fasa didapat bukan B_4C tetapi $B_{6,5}C$ ($R\bar{3}mH$), B_2O_3 ($P3_1$) dan C ($P6_3/m\ m\ c$). Menurut Alizadeh et al (2004) reaksi karbotermik asam borat dengan karbon sesuai dengan persamaan reaksi (2-6), (2-7), (2-8), dan (2-9).^[2] Untuk membentuk 1 mol boron karbida B_4C membutuhkan 7 mol C.



Gambar 4.10. Difraktogram Hasil Sintesis Sampel Metode-I, untuk F1 s/d F8 pada Temperatur 1450 °C , dan Difraktogram B_4C Aldrich, dengan anoda Co.

Pada F1 (asam borat + karbon aktif) hasil sintesis terbentuk boron karbida fasa $B_{6,5}C$ ($R\bar{3}mH$) struktur kristal trigonal/rombohedral, fasa B_2O_3 ($P3_1$) struktur kristal heksagonal, dan C ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal. Hal ini dikarenakan karbon dari reaktan dengan pemanasan temperatur tinggi membentuk karbon dioksida (CO_2) bukan karbon monoksida (CO) yang dibutuhkan untuk memecah B dari B_2O_3 . Sehingga C yang untuk membentuk fasa B_4C berkurang sehingga boron berlebih (boron rich > 4), sehingga yang terjadi $B_{6,5}C$. Penyebab lain juga dikarenakan reaksi pembentukan boron karbida dipengaruhi oleh temperatur sintesis, lamanya proses (holding time) kontak antar reaktan dan waktu pemanasan^[2] dimungkinkan kontak antara karbon dan boron oksida kurang optimal sehingga terjadi kelebihan boron dalam pembentukan boron karbida, sehingga yang terbentuk adalah boron karbida fasa $B_{6,5}C$.

Pada Sampel F2 (asam borat + karbon + asam sitrat), hasil sintesis diidentifikasi dengan data ICDD terdapat boron karbida fasa B_4C ($R\bar{3}m$) struktur kristal rombohedral, C ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal, dan sedikit fasa B_2O_3 ($P3_1$) struktur kristal heksagonal. Hal ini karena adanya asam sitrat juga sebagai sumber karbon disamping karbon aktif. Asam sitrat secara stokiometri adalah sesuai persamaan reaksi (2-17).^[11,12] Disamping adanya asam sitrat yang menambah luas permukaan kontak antara karbon dan boron oksida, juga menghasilkan gas CO sehingga proses pemecahan B dari B_2O_3 lebih optimal. Adanya karbon dari asam sitrat menyebabkan perbandingan boron : karbon, menjadi stoikiometri dan membentuk boron karbida dengan fasa B_4C , bukan boron karbida dengan fasa lain. Disamping pembentukan fasa B_4C stoikiometri, juga dapat mengurangi fasa B_2O_3 yang terbentuk. Pola difraksi fasa B_4C yang masih rendah dikarenakan temperatur sintesis belum optimal.

Pada F3 s/d F7 (asam borat + karbon berkurang, asam sitrat bertambah), pola difraksi hasil sintesis belum memperlihatkan adanya fasa B_4C , yang ada hanya puncak-puncak difraksi fasa-fasa B_2O_3 ($P3_1$)

struktur kristal heksagonal dan C ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal. F8 (asam borat + asam sitrat) pola difraksi juga identik seperti F3 s/d F7. Hal ini karena karbon berkurang dan asam sitrat berlebihan akan terdisosiasi menjadi CO_2 dan H_2O , maka Boron tidak terlepas dari ikatan boron oksida (B_2O_3) sehingga tetap dalam bentuk fasa B_2O_3 , demikian juga C dari karbon aktif tetap dalam bentuk fasa C. Dari pola difraksi terlihat semakin karbon berkurang maka puncak fasa karbon semakin lemah, hal ini terlihat jelas pada pola difraksi F8 tidak muncul puncak fasa karbon. Hasil sintesis F1 s/d F8 pada temperatur 1450 °C secara keseluruhan dapat memperlihatkan bahwa formula optimum adalah F2. Hasil GSAS F1 s/d F8 keseluruhan dapat dilihat pada Tabel.4.2. dibawah ini.

Tabel.4.2. Fasa-Fasa yang terbentuk dari hasil sintesis F1 s/d F8 pada temperatur 1450 °C, menggunakan GSAS.

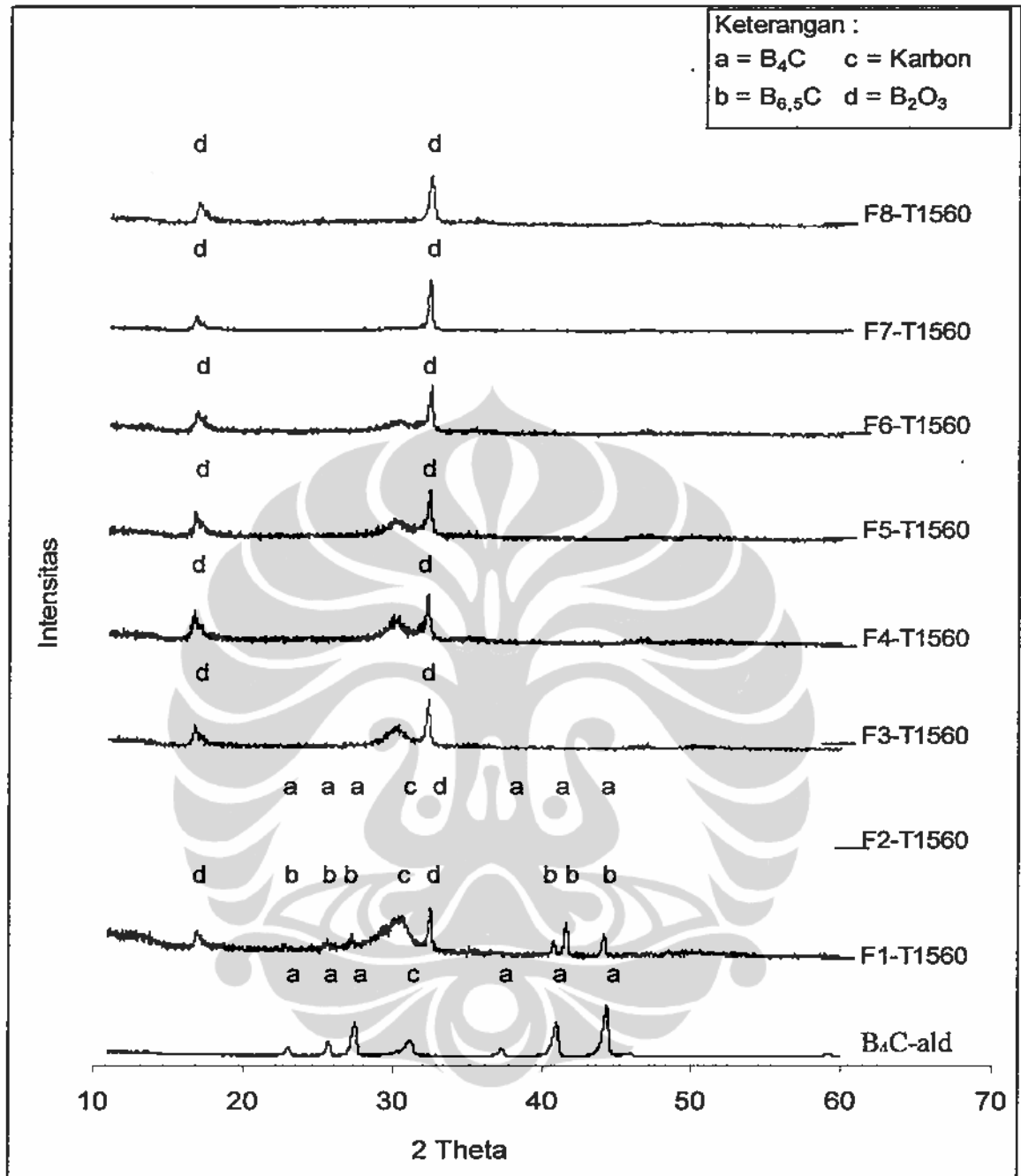
F	Fasa	Grup Ruang	Parameter Kisi (Å)	Sistem Kristal
B ₄ C Aldrich	B ₄ C	R $\bar{3}m$	a=5,649 b=5,649 c=12,174	Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,413 b=2,413 c=6,715	Heksagonal
F1-T1450	B _{6,5} C	R $\bar{3}mH$	a=5,606 b=5,606 c=12,180	Rombohedral
	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,329 b=4,329 c=8,341	Heksagonal
	C	P6 ₃ /m m c	a=2,377 b=2,377 c=6,723	Heksagonal
F2- T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,335 b=4,335 c=8,338	Heksagonal
	B ₄ C	R $\bar{3}m$	a=5,502 b=5,5025 c=12,157	Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,463 b=2,463 c=6,711	Heksagonal
F3-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,460 b=2,460 c=6,711	Heksagonal
F4-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,461 c=6,711	Heksagonal
F5-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal

	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal
F6-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal
F7-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal
F8-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a= 2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal

2. Hasil Sintesis pada Temperatur 1560 °C.

Pada Metode-I fenomena pembentukan B₄C terlihat bahwa mulai temperatur 1450 °C sudah terbentuk namun intensitas masih rendah hal ini sesuai hasil penelitian (Alizadeh, 2004)^[2]. Pada temperatur sintesis 1560 °C dengan komposisi sama F1 s/d F8 intensitas lebih tinggi. Pola difraksi sinar-X F-1 s/d F-8 dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X B₄C dari Aldrich dapat dilihat pada Gambar 4.11.

Fenomena pola difraksi hasil sintesis pada temperatur 1560 °C hampir sama dengan hasil sintesis pada temperatur 1450 °C, perbedaannya adalah pembentukan fasa B₄C jauh lebih banyak. Pada F1 (asam borat + karbon) sudah menunjukkan adanya puncak-puncak karakteristik boron karbida tetapi dari hasil analisis dengan GSAS (Lampiran 9), didapat bukan fasa B₄C tetapi B_{6,5}C (R $\bar{3}$ mH), B₂O₃ (P3₁) dan C (P6₃/mmc). Menurut Alizadeh (2004)^[2] pembentukan B₄C tergantung dari temperatur dan waktu, dapat dibuktikan bahwa pada temperatur 1560 °C intensitas pembentukan B₄C (pada F2) maupun pembentukan B_{6,5}C (pada F1) lebih besar dari pada hasil sintesis pada temperatur 1450 °C. Adapun pada komposisi F1 yang terbentuk boron karbida fasa B_{6,5}C hal ini karena tanpa adanya asam sitrat maka luas permukaan karbon tidak dapat mendifusi secara optimal (secara stokiometri) sehingga masih kelebihan boron. Pada F2 juga terlihat fasa B₂O₃ sangat kecil dikarenakan Boron (B) dari B₂O₃ sudah tereduksi secara optimal oleh karbon monoksida (CO) selanjutnya boron diikat oleh karbon membentuk fasa B₄C.



Gambar 4.11. Difraktogram Hasil Sintesa Sampel F1 s/d F8 Metode-I, Pada Temperatur 1560 °C, dan Difraktogram B₄C Aldrich, dengan anoda Co.

Dari hasil analisis tersebut, maka komposisi terbanyak pembentukan B₄C adalah komposisi F2. Hasil analisa fasa secara keseluruhan dapat dilihat pada Tabel 4.3. Melihat hasil sintesis pada temperatur 1450 °C dan 1560 °C, dapat disimpulkan bahwa F2 (asam borat + karbon aktif + asam sitrat) adalah komposisi optimal pembentukan

boron karbida fasa B_4C . Salah satu contoh hasil GSAS B_4C Aldrich dapat dilihat pada Lampiran 6, dan Metode I sampel F2- T1560 dapat dilihat pada Lampiran 7, dengan data dari ICDD fasa-fasa yang terkait dapat dilihat pada Lampiran 9. Dari hasil GSAS komposisi F2 pada suhu 1560 °C secara kuantitatif terbentuk fasa-fasa sebagai berikut : $\pm 83,96\%$ B_4C ($R\bar{3}m$) dengan struktur kristal rombohedral, 2,56 % B_2O_3 ($P3_1$) struktur kristal heksagonal dan 13,48 % C ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal.

Adanya penambahan asam sitrat dapat mempengaruhi proses reduksi boron oksida sehingga karbon dapat mengikat boron secara optimal. Tetapi adanya penambahan asam sitrat yang berlebihan (F3 s/d F8) memperbanyak pembentukan CO_2 sehingga boron oksida sulit tereduksi sehingga tetap berbentuk fasa B_2O_3 . Dugaan ini diperkuat dari hasil F3 s/d F8 tidak terbentuk fasa boron karbida, yang ada hanya fasa B_2O_3 dan karbon.

Tabel.4.3. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis F1 s/d F8 pada temperatur 1560 °C, menggunakan GSAS.

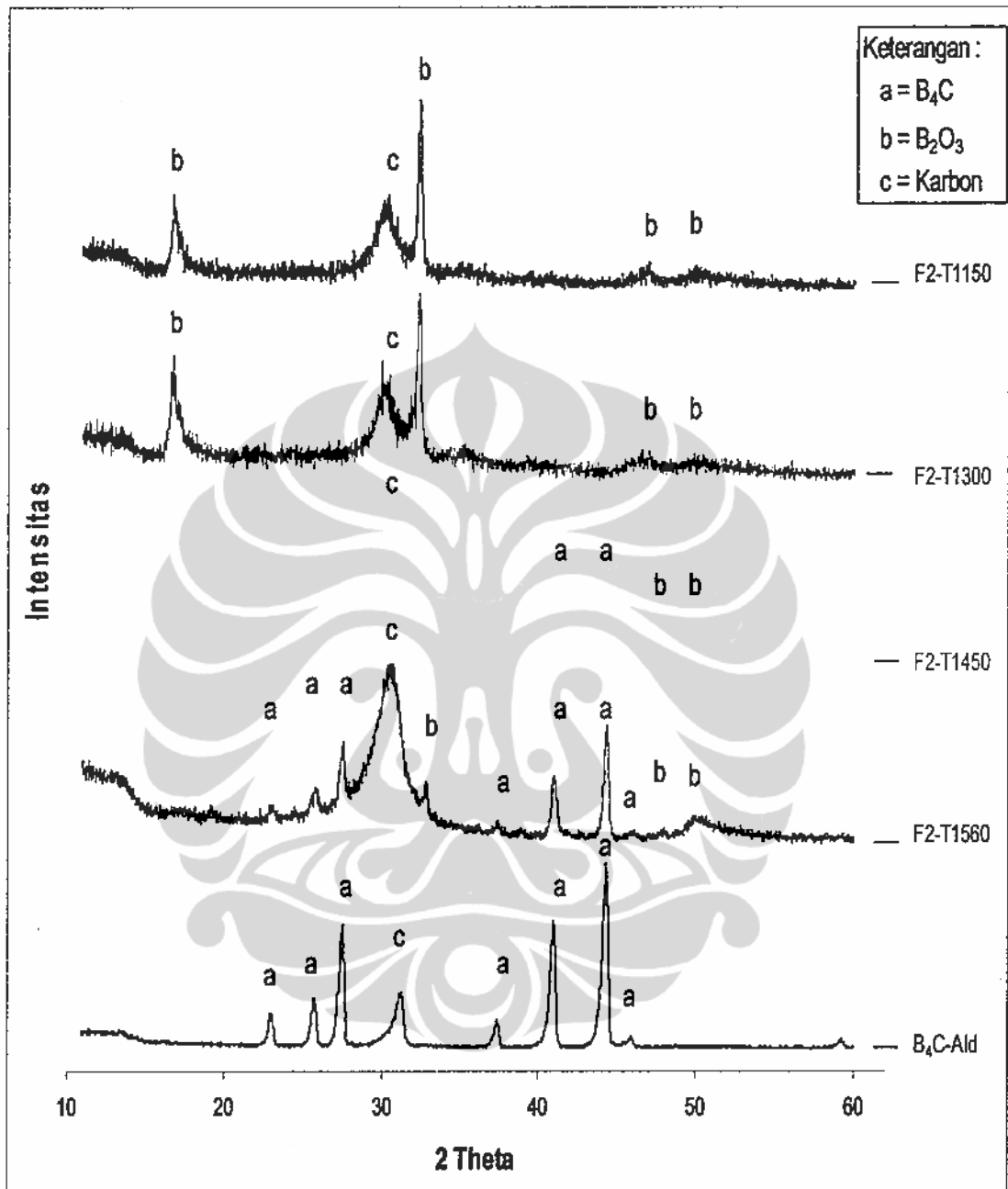
F	Fasa	Grup Ruang	Parameter Kisi (Å)	Sistem Kristal
F1-T1560	$B_{6,5}C$	$R\bar{3}mH$	a=5,616 b=5,616 c=12,136	Rombohedral
	B_2O_3	$P3_1$	a=4,336 b= 4,336 c=8,338	Heksagonal
	C	$P6_3/mmc$	a=2,467 b= 2,463 c=6,712	Heksagonal
F2-T1560	B_4C	$R\bar{3}m$	a=5,572 b=5,572 c=11,923	Rombohedral
	C	$P6_3/mmc$	a=2,468 b=2,468 c=6,717	Heksagonal
	B_2O_3	$P3_1$	a=4,239 b= 4,239 c=8,328	Heksagonal
F3-T1560	B_2O_3	$P3_1$	a=4,330 b= 4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	$P6_3/mmc$	a=2,450 b= 2, 450 c=6,710	Heksagonal
F4-T1560	B_2O_3	$P3_1$	a=4,330 b= 4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	$P6_3/mmc$	a=2,460 b= 2,460 c=6,711	Heksagonal
F5-T1560	B_2O_3	$P3_1$	a=4,330 b= 4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	$P6_3/mmc$	a=2,464 b= 2,464 c=6,711	Heksagonal
F6-T1560	B_2O_3	$P3_1$	a=4,330 b= 4,330 c=8,390	Heksagonal

	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b= 2,464 c=6,711	Heksagonal
F7-T1560	B ₂ O ₃	P3 ₁	a= 4,330 b= 4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b= 2,464 c=6,711	Heksagonal
F8-T1560	B ₂ O ₃	P3 ₁	a= 4,330 b= 4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b= 2,464 c=6,711	Heksagonal

Analisis bahwa pada F-1 tidak terbentuk fasa B₄C tetapi B_{6,5}C (boron rich) baik pada temperatur sintesis 1450 °C maupun 1560 °C, padahal sesuai diagram fasa boron- karbon^[32] untuk membentuk stokiometri B₄C memerlukan 10 – 20,9 wt % karbon, seharusnya dengan jumlah karbon berlebih akan terbentuk fasa B₄C. Hal ini dikarenakan tidak semua karbon dapat bereaksi berikatan secara stokiometri dengan boron. Untuk membentuk stokiometri perlu suport karbon dari ko-reduktor dalam hal ini adalah karbon dari asam sitrat. Karena pada F1 tidak ada asam sitrat maka terjadi kelebihan boron (boron rich).

3. Hasil Sintesis F2 Metode-I, Pada Temperatur 1150 °C , 1300 °C, 1450 °C, dan 1560 °C.

Untuk melihat fenomena pembentukan B₄C pada temperatur dibawah 1450 °C maka dilakukan sintesis 1300 °C dan 1150 °C. Pola difraksi sinar-X F-2 pada temperatur 1150 °C , 1300 °C, 1450 °C, dan 1560 °C dapat dilihat pada Gambar 4.12. Dari hasil sintesis pada temperatur 1450 °C dan 1560 °C dengan berbagai komposisi reaktan, maka didapat komposisi F2 baik pada temperatur 1450 °C maupun temperatur 1560 °C menunjukkan terbentuknya boron karbida fasa B₄C yang diinginkan. Dalam rangka mencari optimal temperatur, maka sampel komposisi F2 diulangi lagi dilakukan sintesis dengan metode yang sama pada temperatur 1300 °C dan 1150 °C. Ternyata hasilnya masih belum terbentuk boron karbida. Pada temperatur 1300 °C sudah mulai ada karakteristik puncak boron karbida tetapi masih sangat kecil, dimungkinkan baru mulai pertumbuhan kristal, karena temperatur dan waktu belum mencukupi untuk terjadinya reaksi sintesis.



Gambar 4.12. Difraktogram Sampel F2 Metode-I, Pada Temperatur 1560 °C, 1450 °C, 1300 °C, 1150 °C, dan B_4C Aldrich, dengan anoda Co.

Dimungkinkan pada temperatur 1300 °C dengan holding time yang lebih lama (> 1,5 jam) puncak-puncak fasa boron karbida akan terbentuk. Namun dalam penelitian ini ada keterbatasan kemampuan tungku, apabila holding time lebih lama maka tabung alumina akan pecah. Dalam hal ini,

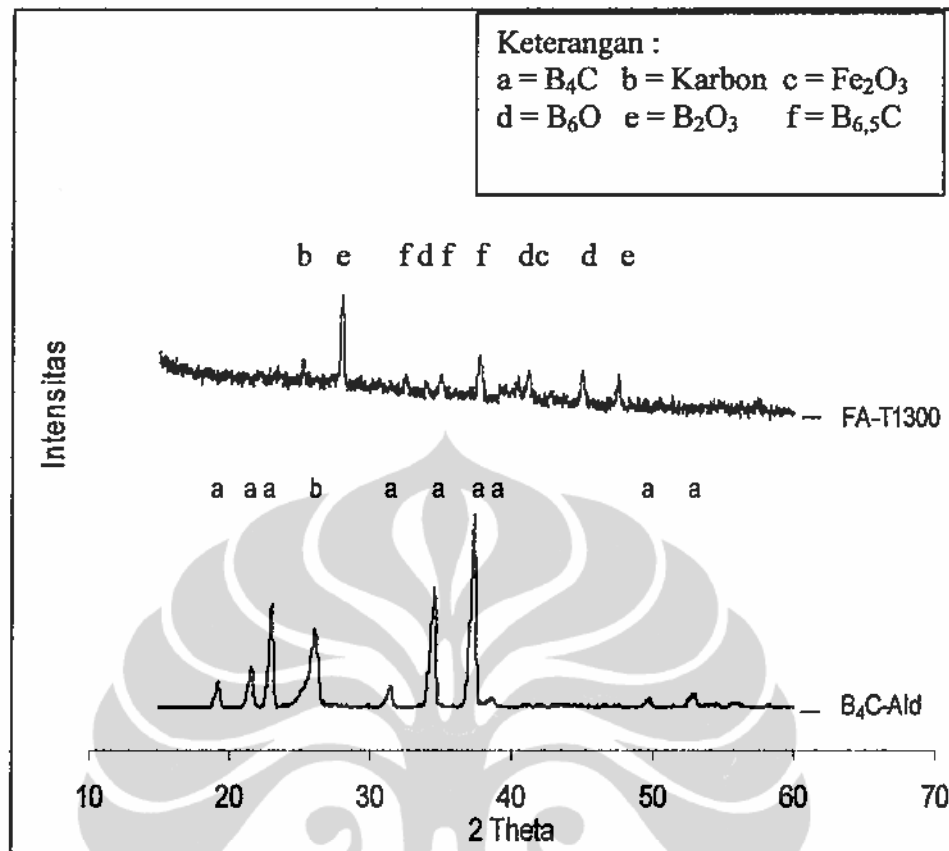
perlu pemecahan permasalahan dengan cara lain. Kelembutan butiran karbon aktif akan berpengaruh pada pembentukan boron karbida karena dengan semakin kecil ukuran butir maka luas permukaan kontak lebih besar (limited nucleation).^[1] Maka dari itu pada metode berikutnya akan dicoba dengan proses milling dengan vibrator ballmill untuk mendapatkan kelembutan mendekati satu nano.

Tabel. 4.4. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis Metode-I, F2-T1560 °C, F2-T1450 °C, F2-T1300 °C, F2-T1150 °C, menggunakan GSAS

F	Fasa	Grup Ruang	Parameter Kisi (Å)	Sistem Kristal
F2-T1560	B ₄ C	R $\bar{3}m$	a=5,572 b=5,572 c=11,923	Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,468 b=2,468 c=6,717	Heksagonal
	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,239 b=4,239 c=8,328	Heksagonal
F2-T1450	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,335 b=4,335 c=8,338	Heksagonal
	B ₄ C	R $\bar{3}m$	a=5,502 b=5,502 c=12,157	Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,463 b=2,463 c=6,711	Heksagonal
F2-T1300	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,461 b=2,461 c=6,723	Heksagonal
F2-T1150	B ₂ O ₃	P3 ₁	a=4,330 b=4,330 c=8,390	Heksagonal
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal

4.2.1.2. Hasil Sintesis Metode-IIA.

Metode-IIA komposisi reaktan F-2 ditambah berlebih karbon, dimana karbon yang digunakan dimilling dahulu selama 40 jam dengan vibrator milling. Karbon berlebih dilakukan untuk mengetahui apakah komposisi karbon pada F-2 benar-benar sudah optimal. Pada sampel FA-T1300, karbon di milling sampai 40 jam baru dicampur dengan asam borat dan asam sitrat. Fasa yang terbentuk adalah B₂O₃, C, B₄C, B₆O, Fe₂O₃. Adanya fasa B₆O dimungkinkan berasal dari sebagian boron oksidanya kehilangan oksigen dengan persamaan reaksi (2-20), dan (2-21).^[4] Oksigen dari B₂O₃ apabila kontak dengan boron *rich* (kaya boron), maka akan terbentuk oksida boron dengan boron yang berlebih sehingga membentuk B₆O.



Gambar 4.13. Difraktogram Hasil Sintesis Sampel Metode-IIA (FA-T1300) dan Difraktogram B_4C Aldrich, dengan anoda Cu.

Adanya fasa Fe_2O_3 berasal dari unsur Fe dari *ballmill* yang terkikis saat *milling*, dengan adanya karbon dan oksigen maka akan terbentuk Fe_2O_3 . Metode-IIA, hasil sintesis masih kurang baik, karakteristik puncak-puncak B_4C masih kecil sekali, walau sudah ada berlebih karbon, pembentukan boron karbida belum optimal. Diduga karena ukuran butiran tidak sama antara karbon aktif dan asam borat-asam sitrat, sehingga kontak permukaan juga tidak efektif. Menurut F. Deng et al (2006),^[4] bahan reaktan bersama-sama saat dimasukkan dalam *ballmill*, sehingga permukaan butir kontak homogen, dan cara mekanik ini dengan bantuan Mg terbentuk fasa B_4C dengan struktur kristal heksagonal. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan (2-10) dan (2-11).^[27] Dari reaksi tersebut, pemecahan boron dari boron oksida langsung oleh karbon dan koreduktor Mg, membentuk fasa B_4C . Fungsi dari Mg untuk mengikat oksigen dari boron oksida, sehingga karbon langsung dapat berikatan dengan boron membentuk boron karbida.

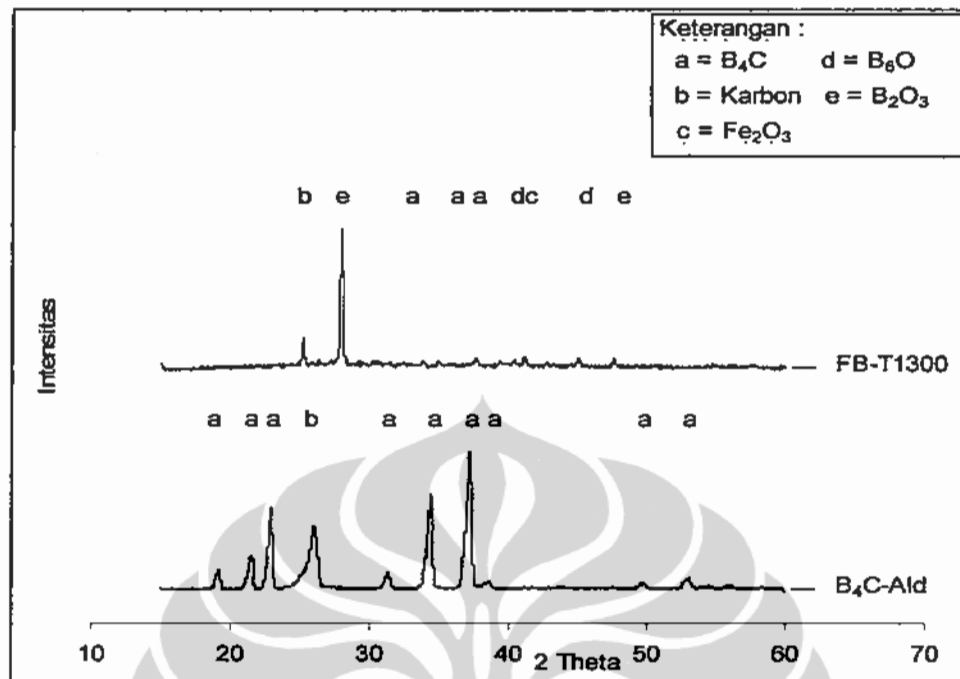
Tabel. 4.5. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis FA-T1300, menggunakan GSAS.

Fasa	Grup Ruang	Parameter Kisi (Å)	Struktur Kristal
B ₂ O ₃	P3 ₁ 2 ₁	a=4,344 b=4,344 c=8,329	Trigonal/ Rombohedral
C	P6 ₃ /mmc	a=2,460 b=2,460 c=6,715	Heksagonal
B _{6,5} C	R $\bar{3}$ mH	a=5,615 b=5,617 c=12,135	Rombohedral
B ₆ O	R $\bar{3}$ mH	a=5,295 b=5,295 c=12,388	Rombohedral
Fe ₂ O ₃	R $\bar{3}$ c	a=5,010 b=5,010 c=13,846	Trigonal

4.2.1.3. Hasil Sintesis Metode -IIB.

Pada Metode-IIB sampel diberi asam sitrat berlebih, terlihat dari pola difraksi hanya sedikit sekali karakteristik puncak-puncak fasa boron karbida, hal ini dapat dijelaskan seperti pada sampel F3 s/d F7 sintesis temperatur 1450 °C dan temperatur 1560 °C.

Hasil sintesis sampel FA-T1300 maupun sampel FB-T1300 masih belum mendapatkan boron karbida yang optimum, walau karbon dilakukan milling 40 jam. Pada Metode-IIA dilihat dari karakteristik puncak-puncak boron karbida intensitasnya lebih tinggi, ini menunjukkan bahwa penambahan karbon berlebihan lebih baik dari pada penambahan asam sitrat yang berlebihan. Hasil analisa fasa dengan GSAS sampel FB-T1300 dapat dilihat pada tabel.4.6.



Gambar 4.14. Difraktogram Hasil Sintesa Sampel Metode-IIB (FB-T1300) dan Difraktogram B_4C Aldrich, dengan anoda Cu.

Tabel.4.6. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis FB-T1300, menggunakan GSAS

Fasa	Grup Ruang	Parameter Kisi (Å)	Struktur Kristal
B_2O_3	$P3_12_1$	a=4,345 b=4,345 c= 8,330	Trigonal/ Rombohedral
C	$P6_3/mmc$	a=2,462 b=2,462 c= 6,711	Heksagonal
$B_4C \ll$	$R\bar{3}m$	a=5,607 b=5,607 c= 12,089	Rombohedral
B_6O	$R\bar{3}mH$	a=5,389 b=5,389 c= 12,303	Rombohedral
Fe_2O_3	$R\bar{3}c$	a=5,026 b=5,026 c= 13,779	Trigonal

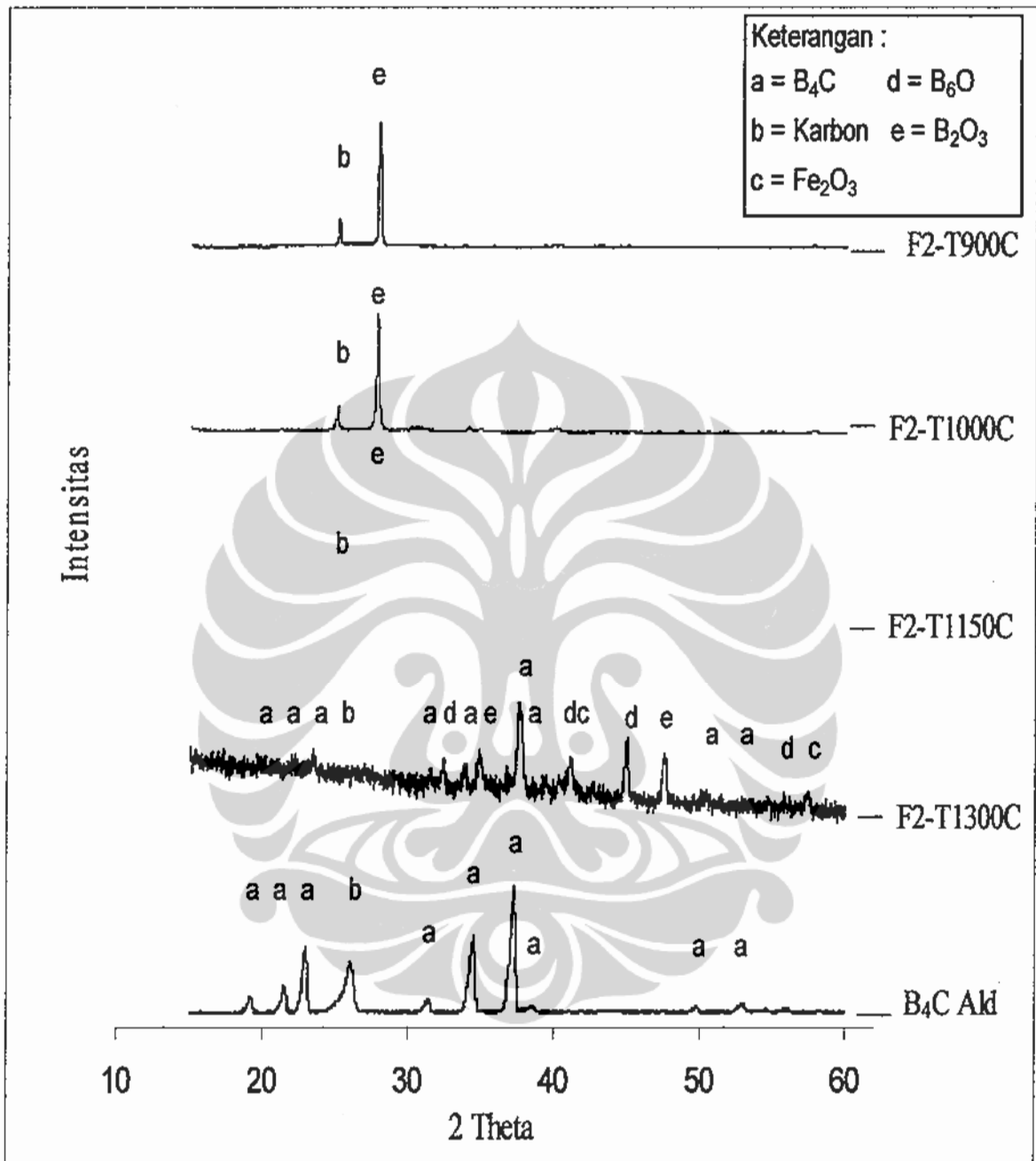
4.2.1.4. Hasil Sintesis Metode-IIC, F2 Pada Temperatur 900 °C , 1000 °C, 1150 °C, dan 1300 °C.

Pada Metode-IIC awalnya hanya dilakukan sintesis pada temperatur 1300 °C, namun untuk melihat fenomena pembentukan B_4C maka dilakukan sintesis

pada temperatur < 1300 °C, yaitu sintesis temperatur 900 °C s/d 1300 °C, hal ini akan terlihat temperatur berapa B₄C mulai terbentuk. Difraktogram dapat dilihat pada Gambar 4.15. Pada sintesis Metode-IIC, sampel komposisi F2 dilakukan milling bersama-sama didukung dengan hasil penelitian F.Deng et al,^[4] diberi kode sampel F2-T1300C. Difraktogram menunjukkan karakteristik puncak-puncak boron karbida dengan fasa B₄C, intensitas terlihat cukup tinggi pada bidang-bidang (0 2 1), (1 0 4), (0 1 2), identik dengan B₄C aldrich. Karena selama proses milling bahan dari ballmill dan vial nya banyak terkikis sehingga terlihat adanya fasa Fe₂O₃ dan juga fasa B₆O.

Terlihat pada gambar 4.15 hasil sintesis pada temperatur 1300 °C (F2-T1300C) karakteristik puncak-puncak B₂O₃ dan karbon sisa reaksi sangat kecil bahkan hampir tidak ada, hal ini memudahkan pada saat proses pemurnian, juga menunjukkan bahwa proses Metode-IIC, karbon dan reaktan lainnya dapat bersintesis secara optimal dibanding dengan metode sebelumnya. Metode-IIC ini dapat menurunkan temperatur reaksi dari 1560 °C menjadi 1300 °C. Salah satu contoh hasil GSAS sampel Metode-IIC dapat dilihat pada Lampiran 8 dengan data fasa-fasa terkait dari ICDD dapat dilihat pada Lampiran 9. Dari analisis dengan GSAS, hasil sintesis Metode-IIC secara kuantitatif didapat hasil ± 75,11 % B₄C (R $\bar{3}m$) dengan struktur kristal rombohedral, 0,165 % C (P6₃/mmc) struktur kristal heksagonal, 12,78 % Fe₂O₃ (R $\bar{3}c$) struktur kristal trigonal, 10,45 % B₆O (R $\bar{3}mH$) struktur kristal rombohedral, 1,64 % B₂O₃ (P3₁2₁) struktur kristal trigonal/rombohedral.

Pada suhu yang lebih rendah fasa-fasa yang terbentuk dapat dilihat pada Tabel 4.7. Penurunan temperatur sintesis boron karbida merupakan suatu keuntungan besar karena dapat menghemat biaya proses. Sampel F2-T1150C, belum terbentuk B₄C, pola difraksi menunjukkan adanya B₂O₃ (P3₁2₁), karbon (P6₃/mmc), dan Fe₂O₃ (R $\bar{3}c$).



Gambar 4.15. Difraktogram Sampel F2 Metode-IIC, pada temperatur 1300 °C, 1150 °C, 1000 °C, 900 °C, dan B_4C Aldrich, dengan anoda Cu.

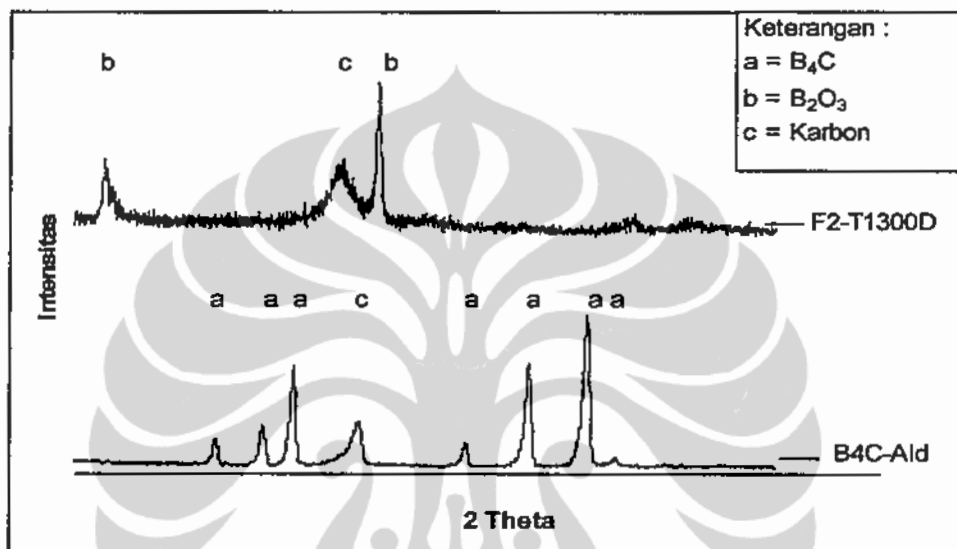
Tabel. 4.7. Fasa-fasa yang terbentuk dari hasil sintesis F2-T1300C, F2-T1150C, F2-T1000C, dan F2-T900C, menggunakan GSAS.

Formula	Fasa	Grup Ruang	Parameter Kisi	Struktur Kristal
F2-T1300C	B ₄ C	R $\bar{3}m$	a=4,973 b=4,973 c=11,424	Rombohedral
	Fe ₂ O ₃	R $\bar{3}c$	a=5,034 b=5,034 c=13,748	Trigonal
	B ₆ O	R $\bar{3}mH$	a=5,501 b=5,501 c=12,237	Rombohedral
	C <<	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal
	B ₂ O ₃ <<	P3 ₁ 2 ₁	a=4,335 b=4,335 c=8,339	Trigonal/ Rombohedral
F2-T1150C	B ₂ O ₃	P3 ₁ 2 ₁	a=4,362 b=4,362 c=8,3002	Trigonal/ Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal
	Fe ₂ O ₃	R $\bar{3}c$	a=5,034 b=5,0342 c=13,748	Trigonal
F2-T1000C	B ₂ O ₃	P3 ₁ 2 ₁	a=4,362 b=4,362 c=8,300	Trigonal/ Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal
F2-T900C	B ₂ O ₃	P3 ₁ 2 ₁	a=4,362 b=4,362 c=8,300	Trigonal/ Rombohedral
	C	P6 ₃ /mmc	a=2,464 b=2,464 c=6,711	Heksagonal

Hal ini menunjukkan pada temperatur 1150 °C ikatan B-O dari B₂O₃ belum terdekomposisi sehingga masih berupa boron oksida, belum terjadi fase uap sehingga ikatan B-O masih belum terpecah maka fasa B₆O juga belum terbentuk. Menurut Renzi et al, pembentukan B₄C terjadi dari uap B₂O₃, B₂O₂ dan CO ditransfer secara halus.^[1] Fasa Fe₂O₃ tidak terlihat puncak-puncaknya nya karena karbon pada temperatur tersebut masih amorf^[11] maka mempengaruhi munculnya puncak Fe₂O₃. Dari hasil analisa fasa maka untuk F2-T1000C dan F2-T900C dapat dijelaskan sama dengan sampel F2-T1150C.

4.2.1.5. Hasil Sintesis Metode-IID.

Pada metode ini ingin diketahui perbedaan hasil milling basah dengan menggunakan aseton. Ternyata hasilnya tidak memuaskan, bahkan B_4C belum terbentuk yang ada hanya fasa B_2O_3 dan karbon. Sampel hasil penelitian Metode-IID dengan kode F2-T1300D dapat dilihat pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16. Pola X-Ray Diffraction Sampel Hasil Sintesa Metode-IID (Milling Basah Pelarut Aseton) Pada Temperatur 1300 °C, dan B_4C Aldrich, dengan anoda Cu.

Hasil sintesis F2-T1300D tidak memuaskan karena tingkat kepolaran dari pelarutnya (aseton), karena aseton bahan organik sehingga terjadi emulsi. Aquades lebih besar kelarutannya sehingga dengan pelarut selain aquades akan terjadi dispersi. Hal ini terbukti pada sampel F2-T1300E (proses milling basah dengan pelarut aquades). Kalau aseton digunakan hanya sebagai media pendispersi, tidak digunakan sebagai pelarut.

4.2.1.6. Hasil Sintesis Metode-IIE.

Hasil sintesis Metode-IIE (milling basah dengan pelarut aquades) merupakan teknik metoda yang sangat baik dibandingkan dengan metoda-metoda sebelumnya. Dari pola difraksi menghasilkan fasa B_4C dengan intensitas tinggi mendekati boron karbida standar (Aldrich) dan cukup optimal karena karbon sisa

reaksi hampir tidak terlihat. Pola difraksi Metode-II E kode sampel (F2-T1300E) digabung dengan pola difraksi (F2-T1300C), hasil pemurnian metode pengayaan kode sampel (F2-T1300E-PM), dan B_4C Aldrich. dapat dilihat pada Gambar 4.17.

4.2.1.7. Hasil Pemurnian Sampel (F2-T1300E).

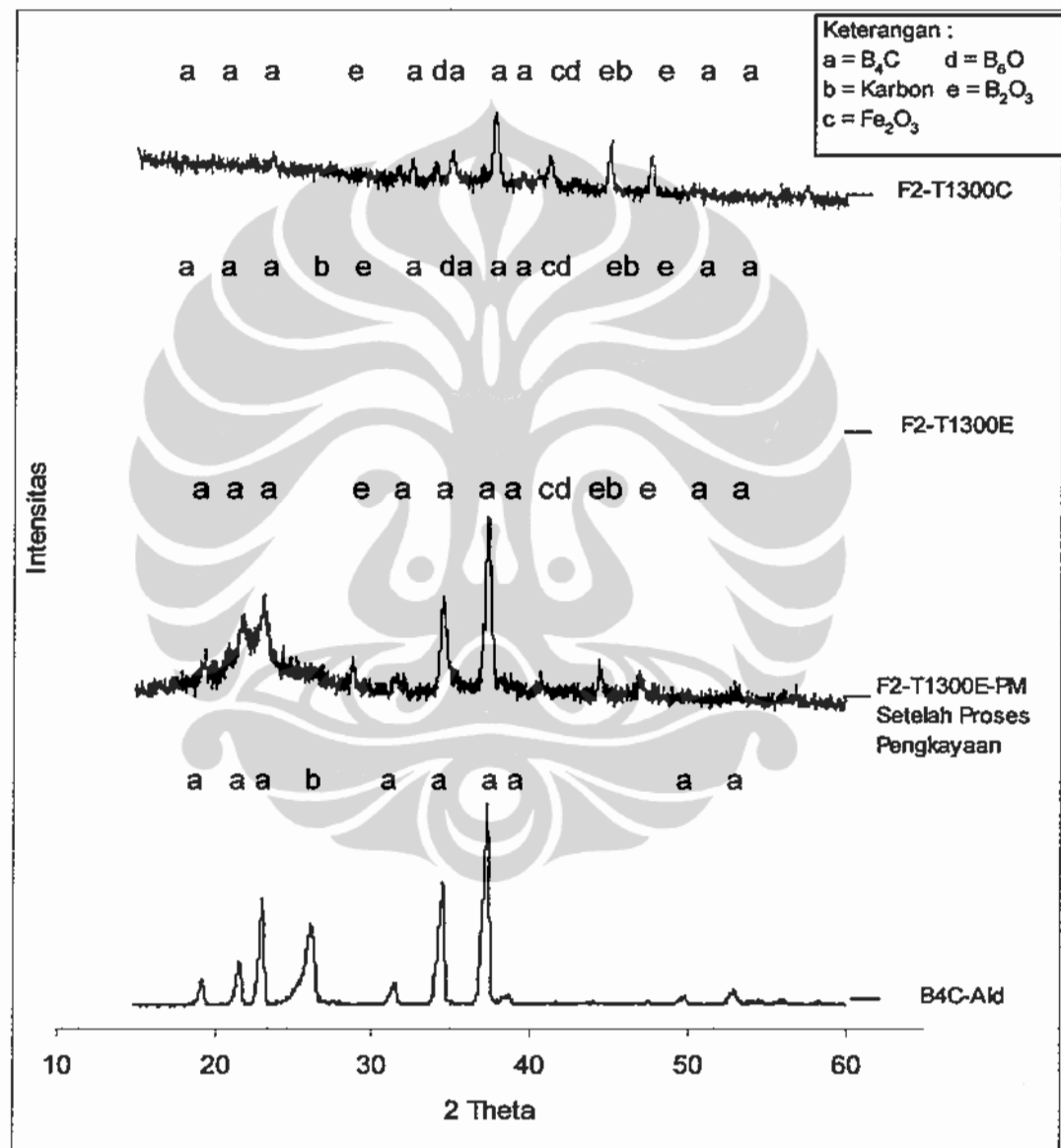
1. Pemurnian Dengan Pelarut (Pencucian) Dan Pemanasan.

Hasil pemurnian pelarutan dengan air panas adalah untuk menghilangkan B_2O_3 , tapisan terdiri dari B_2O_3 sedangkan endapannya adalah B_4C dan karbon sisa reaksi serta impuritis dari peralatan ballmill yang digunakan. Endapan dilarutkan dengan HCl 18 % untuk melarutkan logam-logam impuritis tersebut, yang masih tersisa pada endapan adalah B_4C dan karbon. Endapan tersebut kemudian dipanaskan pada temperatur 700 °C di udara terbuka untuk menghilangkan karbon. Namun ternyata pada temperatur tersebut B_4C juga ikut teroksidasi menjadi B_2O_3 lagi yang dapat dilihat pada hasil uji FTIR, yang menunjukkan puncak-puncak ikatan B-O dari B_2O_3 . pada wave number 1195,64 cm^{-1} dan 1465,63 cm^{-1} seperti dapat dilihat pada Gambar 4.33. Terlihat dari pola DTA B_4C pada temperatur tersebut sudah terjadi perubahan fasa,^[19] B_4C pada kondisi udara terbuka teroksidasi pada temperatur antara 500 °C – 800 °C. ^[32,56] Dari pemurnian tersebut karena hasilnya tidak seperti yang diharapkan maka dilakukan teknik penambahan hasil sintesis dengan proses lain.

2. Pemurnian Dengan Cara Pengkayaan (Re Sintesis).

Metode re-sintesis sebenarnya bukan pemurnian tetapi peningkatan hasil sintesis. Metode ini menghasilkan fasa B_4C yang sangat baik. Sampel F2-T1300E masih mengandung karbon yang cukup banyak, B_2O_3 dan B_6O , dengan dilakukan milling kembali maka fasa-fasa tersebut akan semakin dekat dan mudah untuk berikatan sehingga ketika dilakukan sintesis kembali pada temperatur 1300 °C akan menambah terbentuknya B_4C dan mengurangi sisa reaksi. Hal ini terlihat pada pola XRD pada Gambar 4.17 bahkan puncak-puncak difraksi hasil proses pengkayaan yaitu sampel F2-T1300E-PM hampir sama dengan B_4C Aldrich, disamping juga tidak ada lagi terlihat puncak fasa karbon, sedangkan B_4C

Aldrich masih ada fasa karbon yang cukup signifikan. Hal ini dikuatkan dengan hasil FTIR (Gambar 4.34) menunjukkan ikatan B-C dari B_4C pada wave number $1079,64\text{ cm}^{-1}$ yang lebih tajam dari pada aldrich. Impuritis dari alat proses berupa Fe_2O_3 , B_6O dan B_2O_3 masih ada namun tidak signifikan.



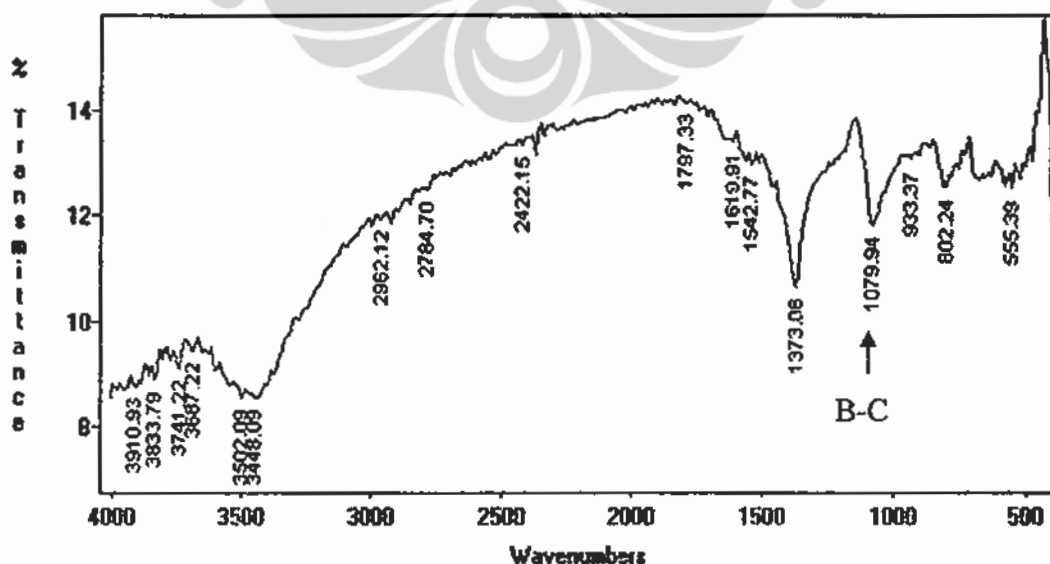
Gambar 4.17. Difraktogram Hasil Sintesis Metode-IIC Temperatur $1300\text{ }^{\circ}C$ Milling Kering (F2-T1300C), Hasil Sintesis Metode-2E Temperatur Sintesis $1300\text{ }^{\circ}C$ Milling Basah (F2-T1300E), Hasil Pengkayaan Temperatur $1300\text{ }^{\circ}C$ (F2-T1300E-PM), dan Difraktogram B_4C Aldrich, dengan anoda Cu.

4.2.2. Pembahasan Hasil Sintesis Dengan FTIR.

Karena setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda, dan karena tipe ikatan yang sama dalam dua senyawa berbeda terletak dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka tidak ada dua molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai bentuk serapan inframerah atau spektrum inframerah yang tepat sama. Dengan membandingkan spektra inframerah dari dua senyawa yang diperkirakan identik maka dapat dinyatakan apakah kedua senyawa tersebut identik atau tidak. Pelacakan tersebut lazim dikenal dengan bentuk “bilangan gelombang” dari dua spektrum inframerah. Jika puncak spektrum inframerah kedua senyawa tepat sama maka dalam banyak hal dua senyawa tersebut adalah identik.^[50]

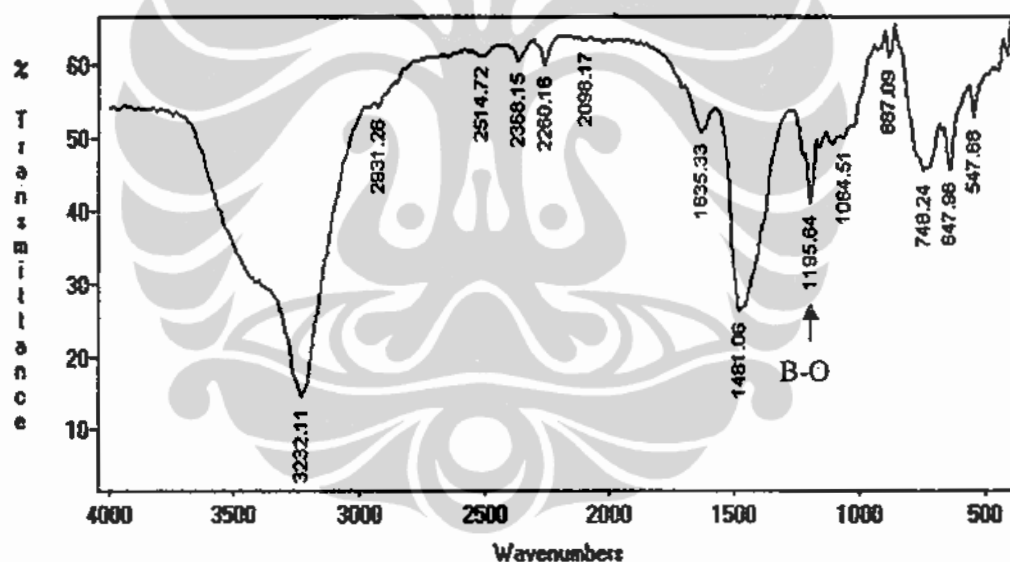
4.2.2.1. FTIR Hasil Sintesis Metode-I.

Hasil karakterisasi FTIR pada B_4C aldrich, teridentifikasi bahwa ikatan B-C terdapat pada wave number $1079,94\text{ cm}^{-1}$, dan ada peaks $1373,06\text{ cm}^{-1}$ dimungkinkan adalah wave number dari karbon, karena dari hasil XRD ada sedikit fasa karbon pada B_4C aldrich, dapat dilihat pada Gambar 4.18.



Gambar 4.18. Pola FTIR B_4C Aldrich

Dari jurnal^[30] Raman Spectral B_4C terdapat pada $1079,64\text{ cm}^{-1}$, Raman spectral ikatan B-C pada wave number $1079,64\text{ cm}^{-1}$ dan ikatan karbon pada 1360 cm^{-1} ^[6] Pada pengukuran secara langsung B_4C Aldrich terdapat dua puncak tertinggi yaitu di daerah $1079,64\text{ cm}^{-1}$ dan $1373,06\text{ cm}^{-1}$. Hal ini dimungkinkan masih adanya fasa karbon di dalam B_4C produk Aldrich tersebut sesuai hasil XRD membuktikan adanya fasa karbon yang cukup signifikan. Untuk selanjutnya pembahasan menitik beratkan ikatan B-C dari B_4C pada bilangan gelombang $\pm 1079,64\text{ cm}^{-1}$ Untuk B_2O_3 aldrich pengukuran FTIR secara langsung teridentifikasi ikatan B-O pada wave number $\pm 1195,64\text{ cm}^{-1}$ dan $1481,06\text{ cm}^{-1}$ (Gambar 4.19).

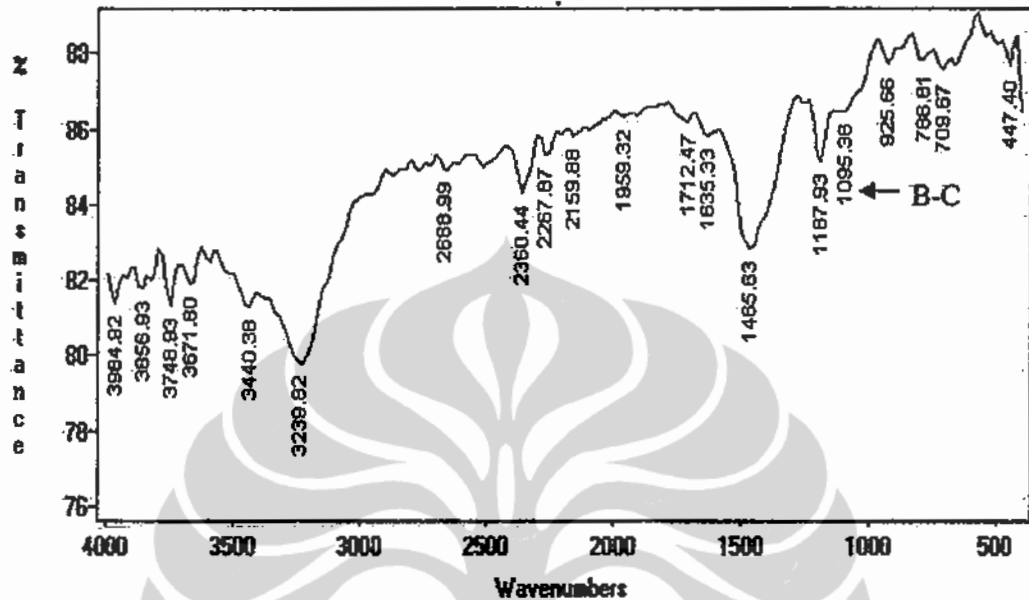


Gambar 4.19. Pola FTIR B_2O_3 Aldrich

Pada sampel hasil sintesis Metode-I F1-T1450 teridentifikasi adanya ikatan B-C dari fasa $B_{6,5}C$ pada bilangan gelombang $1095,36\text{ cm}^{-1}$ (Gambar 4.20) tetapi sangat kecil dan melebar.

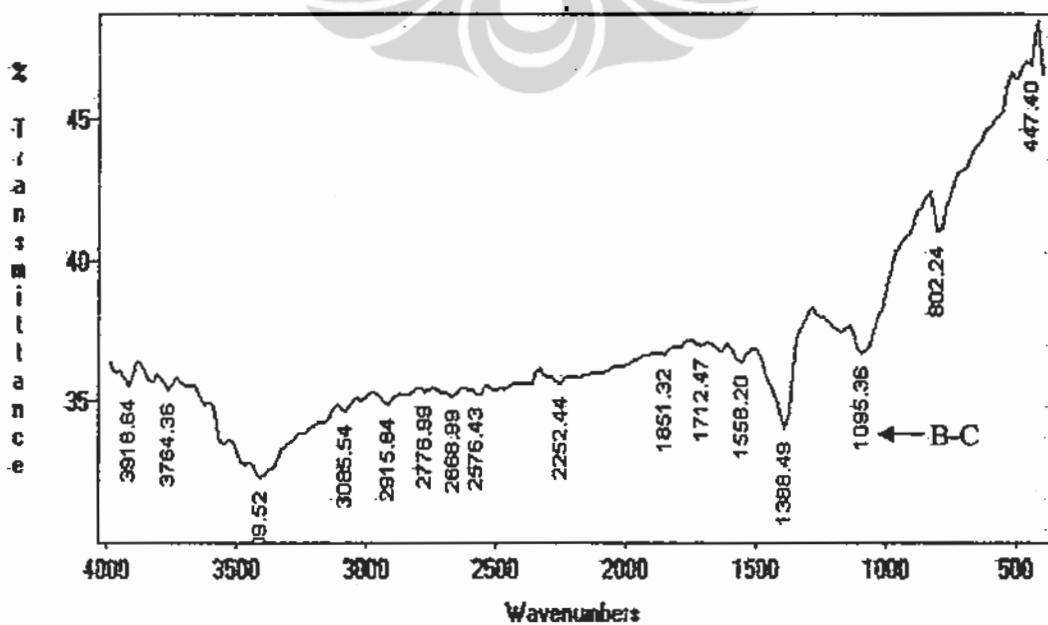
Salah satu alasan mengapa serapan agak lebar dan tidak tajam dalam inframerah karena terjadi penggabungan frekuensi rotasi terhadap serapan yang kecil.^[50] Terdapat juga fasa B_2O_3 yang cukup jelas pada bilangan gelombang

1187,93 cm^{-1} dan 1465,63 cm^{-1} (daerah bilangan gelombang untuk B_2O_3), hal ini mendukung hasil XRD.



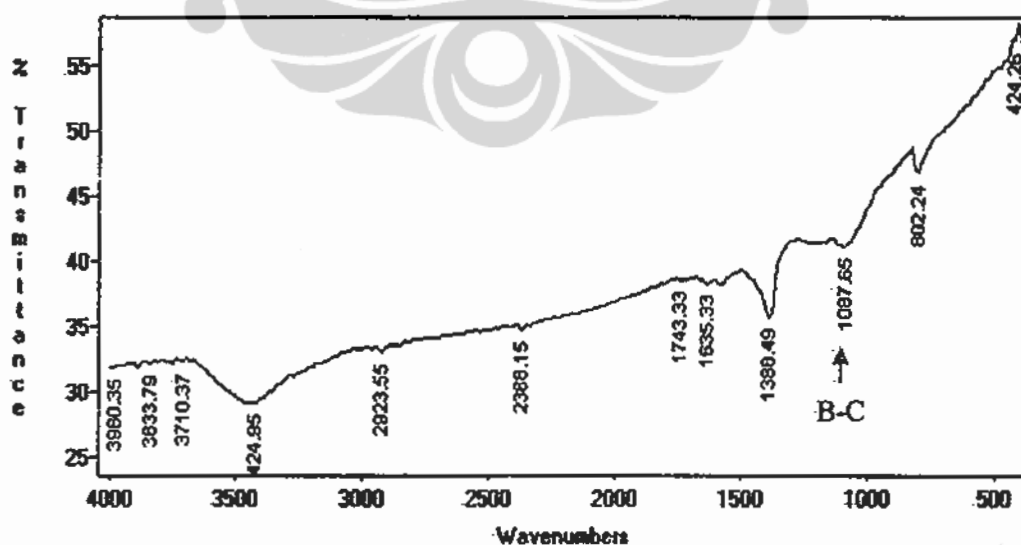
Gambar 4.20. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F1-T1450

Dilihat pada sampel F1-T1560 ikatan B-C dari $\text{B}_{6,5}\text{C}$ lebih tajam dari F1-T1450 karena temperatur lebih tinggi proses pembentukan fasa boron karbida semakin besar (Gambar 4.21).



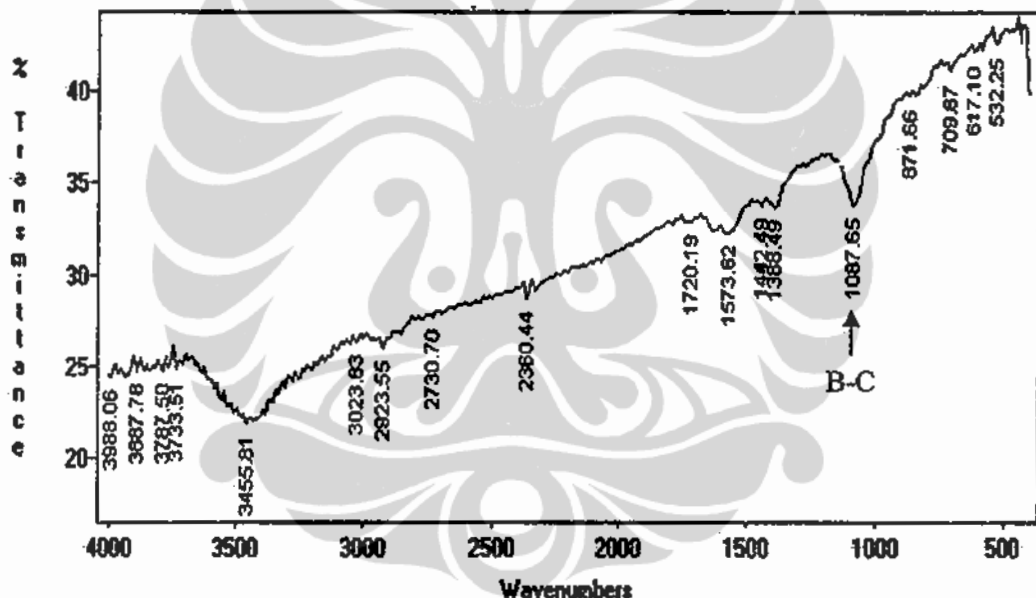
Gambar 4.21. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F1-T1560

Pada sampel hasil sintesis Metode-I F2-T1560 (Gambar.4.23) teridentifikasi adanya fasa B_4C dengan ikatan B-C pada bilangan gelombang $1087,65\text{ cm}^{-1}$, dan fasa karbon terlihat ada namun sangat kecil pada bilangan gelombang $1388,49\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan fasa B_2O_3 tidak muncul, hal ini mendukung hasil XRD dimana fasa karbon sangat sedikit demikian juga B_2O_3 , sehingga hasil FTIR tidak muncul bilangan gelombang ikatan B-O sedangkan ikatan C-C dari karbon sangat lemah. Ada pergeseran bilangan gelombang ikatan B-C ($1079,94\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1087,65\text{ cm}^{-1}$) dan ikatan karbon (1360 cm^{-1} menjadi $1388,49\text{ cm}^{-1}$) hal ini disebabkan karena sampel hasil sintesis masih tercampur dengan fasa-fasa yang belum dimurnikan, karena bila dua frekuensi vibrasi dalam molekul bergabung menghasilkan vibrasi frekuensi baru dalam molekul, dan bila vibrasi seperti itu aktif dalam infra merah, maka hal tersebut disebut serapan kombinasi. Serapan teramati dihasilkan dari perbedaan antara dua serapan yang berinteraksi. Tidak semua kemungkinan kombinasi terjadi. Meskipun frekuensi rotasi dari keseluruhan molekul tidak aktif dalam inframerah, tetapi mereka sering bergabung dengan vibrasi rentangan dan vibrasi bengkokan yang memberikan serapan tambahan yang kecil yang akibatnya spektrum yang dihasilkan sangat kompleks.^[50]



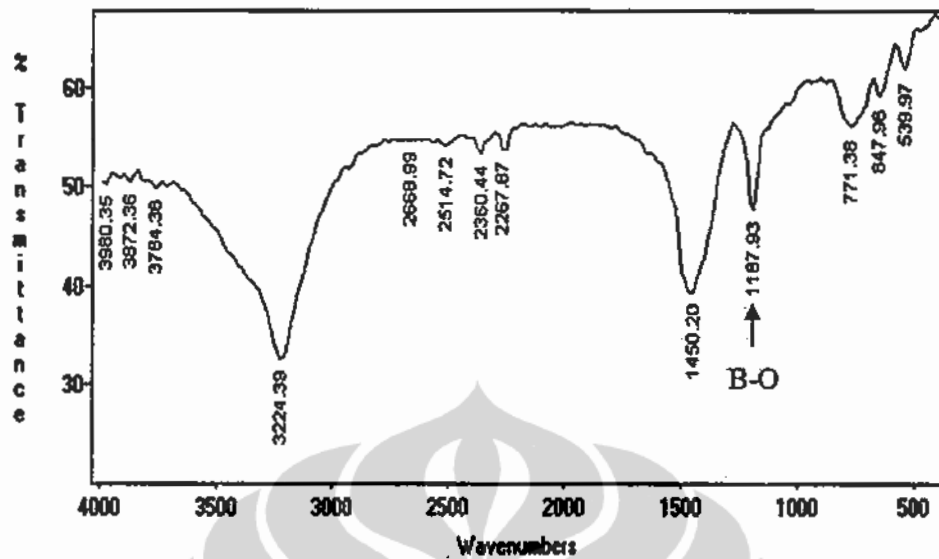
Gambar 4.22. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F2-T1450

Pada sampel F2-T1450 (Gambar 4.22) pembahasan sama dengan F2-T1560 namun puncak-puncak ikatan B-C dari B_4C masih kurang jelas karena secara kuantitatif memang baru sedikit terbentuk. Sampel F2-T1450 teridentifikasi adanya ikatan B-C dari fasa B_4C pada bilangan gelombang $1087,64 \text{ cm}^{-1}$ yang masih sedikit dibandingkan dengan sampel F2-T1560, dan mempunyai fasa B_2O_3 yang cukup banyak sehingga muncul bilangan gelombang fasa boron oksida dengan transmitant cukup tinggi, karena tinggi rendahnya peaks pada hasil FTIR menunjukkan kuantitas fasa tersebut dalam suatu campuran, hal ini mendukung hasil XRD pada sampel F2-T1450 masih terdapat peaks fasa B_2O_3 yang masih tinggi.



Gambar 4.23. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-I F2-T1560

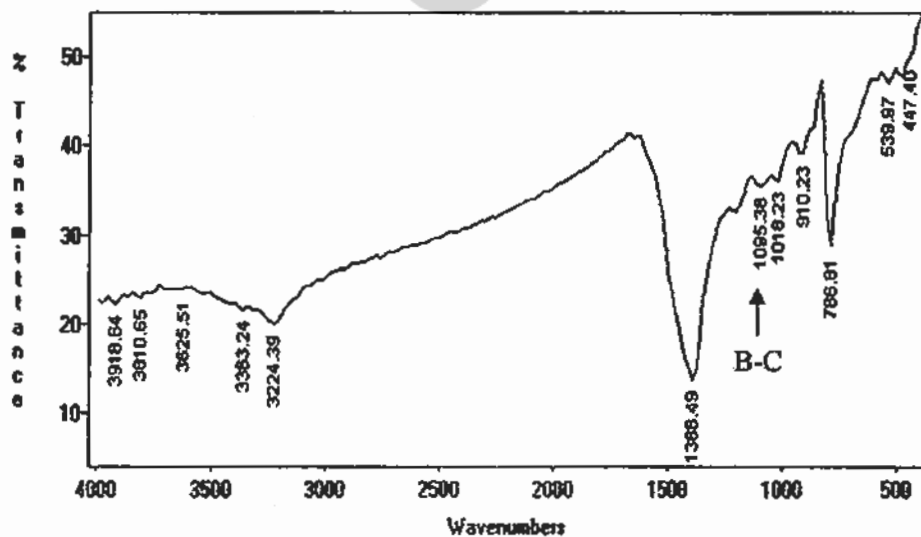
Pada sampel F3-T1560 ternyata belum terbentuk fasa boron karbida baik berupa $B_{6,5}C$ maupun B_4C , yang terlihat adalah fasa B_2O_3 pada bilangan gelombang $1187,38 \text{ cm}^{-1}$ dan $1450,20 \text{ cm}^{-1}$. Puncak ada pergeseran karena B_2O_3 masih dalam campuran sehingga terjadi kombinasi vibrasi serapan infra merah maka bilangan gelombang dari B_2O_3 ada pergeseran.



Gambar 4.24. Pola FTIR Hasil sintesa Metode-I F3-T1560

4.2.2.2. FTIR Hasil Sintesis Metode-IIA.

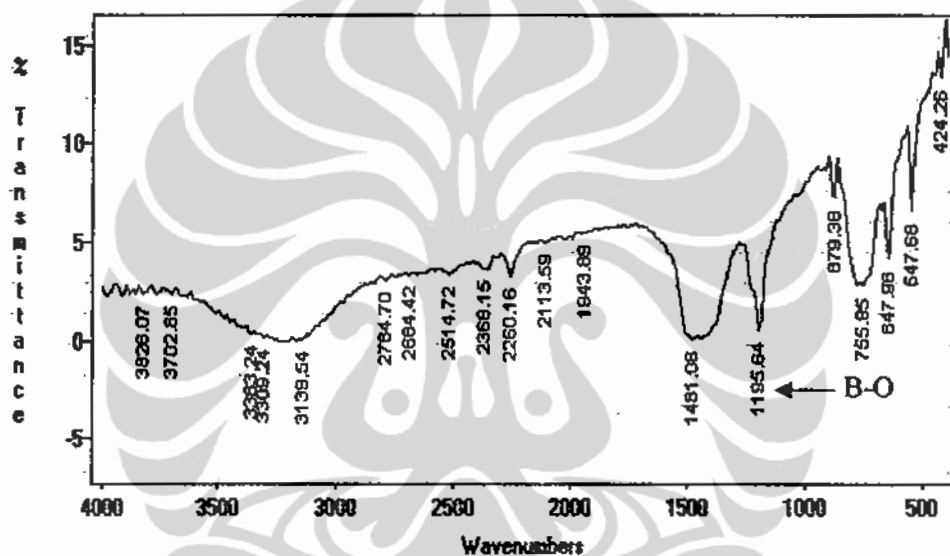
Hasil uji FTIR sampel FA-T1300 (Gambar 4.25) menunjukkan adanya serapan infra merah dari vibrasi ikatan B-C dari $B_{6,5}C$ pada bilangan gelombang $1095,36\text{ cm}^{-1}$ dan ikatan C-C dari karbon pada $1388,49\text{ cm}^{-1}$, hal ini mendukung data dari hasil XRD dimana Metode- IIA belum mendapatkan hasil sintesis yang diharapkan.



Gambar 4.25. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIA, Kode Sampel FA-T1300

4.2.2.3. FTIR Hasil Sintesis Metode-IIB.

Hasil sintesis Metode-IIB hampir sama dengan Metode-I yang kelebihan sitrat yaitu F-3 s/d F-7, hasilnya belum terbentuk fasa B_4C hal ini dikarenakan kelebihan sitrat akan membentuk kristal (melampaui zeta potensial sehingga terjadi kristal bukan gel). Sehingga karbon tidak mudah untuk mengikat boron dari B_2O_3 , maka dari itu hasil sintesis masih berupa B_2O_3 walau dilakukan milling yang cukup lama.

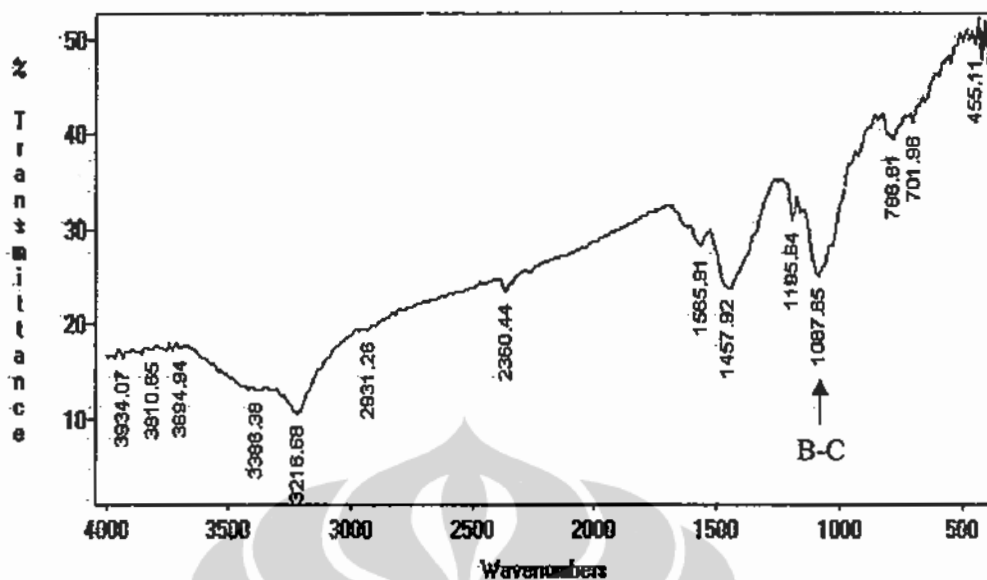


Gambar 4.26. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIB, Kode Sampel FB-T1300

4.2.2.4. FTIR Hasil Sintesis Metode-IIC.

a. Metode-IIC Hasil Sintesis Temperatur 1300 °C.

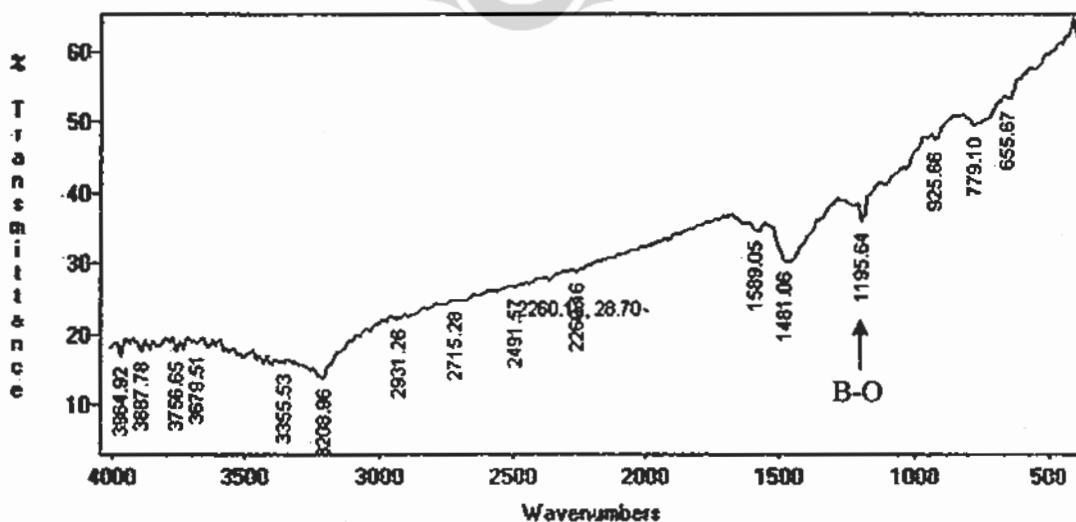
Hasil FTIR Pada hasil sintesis Metode-IIC sampel F2-T1300C (Gambar 4.27) teridentifikasi adanya fasa B_4C pada bilangan gelombang $1087,65 \text{ cm}^{-1}$ dan fasa karbon tidak terlihat, teridentifikasi adanya fasa B_2O_3 pada $1195,64 \text{ cm}^{-1}$, demikian juga fasa B_6O . Hal ini identik dengan hasil XRD yang menunjukkan bahwa pada sampel F2-T1300C ada fasa karbon hampir tidak ada dan fasa B_2O_3 kecil sekali, ikatan B-O dari fasa B_6O dimungkinkan teridentifikasi pada bilangan gelombang lain (kecil sekali).



Gambar 4.27. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 1300 °C,
Kode Sampel F2-T1300C

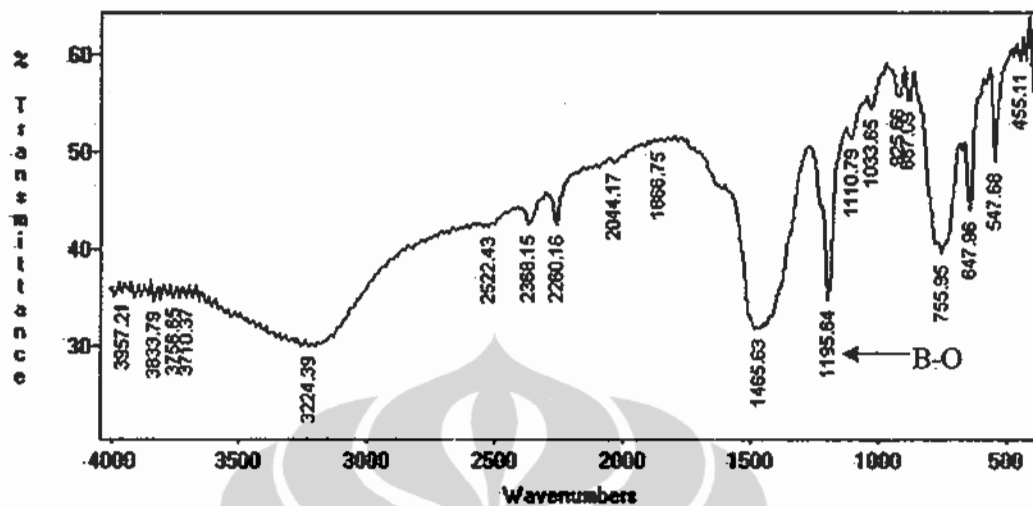
b. Metode-IIC Hasil Sintesis Temperatur 1150 °C.

Pada hasil sintesis sampel F2-T1150C (Gambar 4.28), F2-T1000C (Gambar 4.29.), F2-T900C (Gambar 4.30.), hasil FTIR memperkuat karakteristik hasil XRD dimana fasa yang terbentuk hanya fasa B_2O_3 pada bilangan gelombang 1195,64 cm^{-1} . dan fasa karbon. Bilangan gelombang fasa karbon tidak muncul dimungkinkan karena karbon pada sintesis temperatur rendah masih dalam bentuk amorf^[11] maka bilangan gelombang karbon tidak nampak.



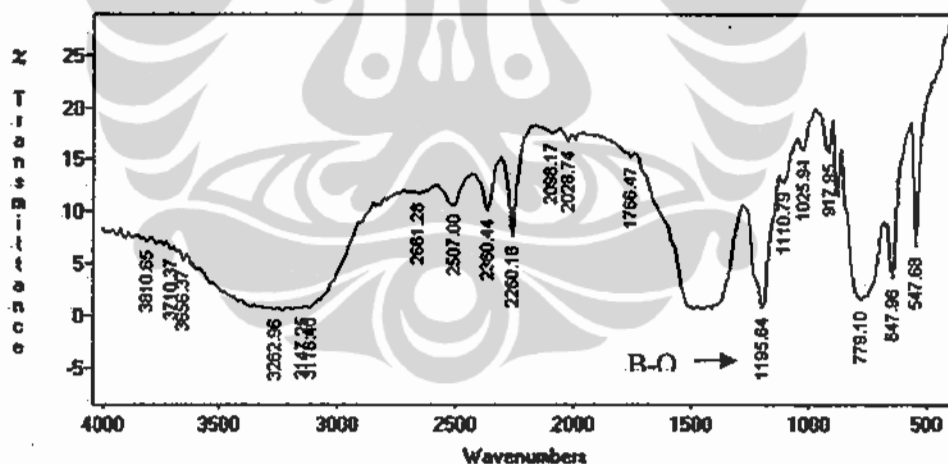
Gambar 4.28. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 1150°C
Kode Sampel F2-T1150C.

c. **Metode-IIC Hasil Sintesis Temperatur 1000 °C.**



Gambar 4.29. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 1000 °C,
Kode Sampel F2-T1000C

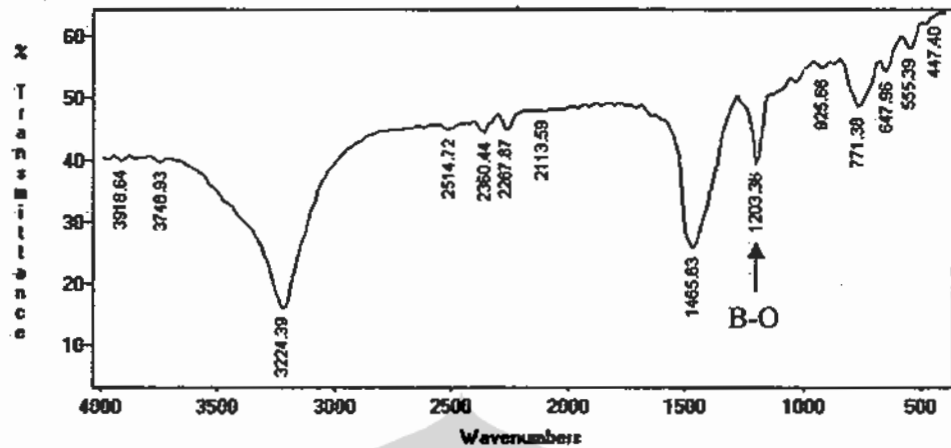
d. **Metode-IIC Hasil Sintesis Temperatur 900 °C.**



Gambar 4.30. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-IIC Temperatur 900 °C,
Kode Sampel F2-T1300C

4.2.2.5. **FTIR Hasil Sintesis Metode-IID.**

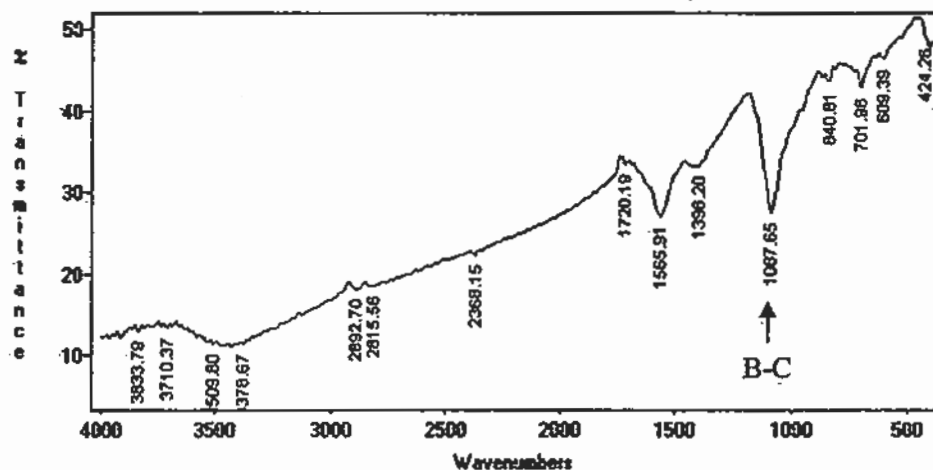
Penggunaan pelarut aseton ternyata tidak dapat melarutkan reaktan dengan baik malah membentuk emulsi karena aseton bahan organik, sehingga tingkat homogenitasnya kurang baik hal ini menyebabkan pertemuan antara masing-masing reaktan semakin kurang efektif sehingga tidak terbentuk B_4C tetapi masih dalam fasa B_2O_3 terlihat pada Gambar 4.31. bilangan gelombang ikatan B-O bergeser ($1203,36\text{ cm}^{-1}$ dan $1466,63\text{ cm}^{-1}$).



Gambar 4.31. Pola FTIR Hasil Sintesa Milling Basah Metode -IID Dengan Pelarut Aceton, Kode Sampel F2-T1300D

4.2.2.6. FTIR Hasil Sintesis Metode-III.

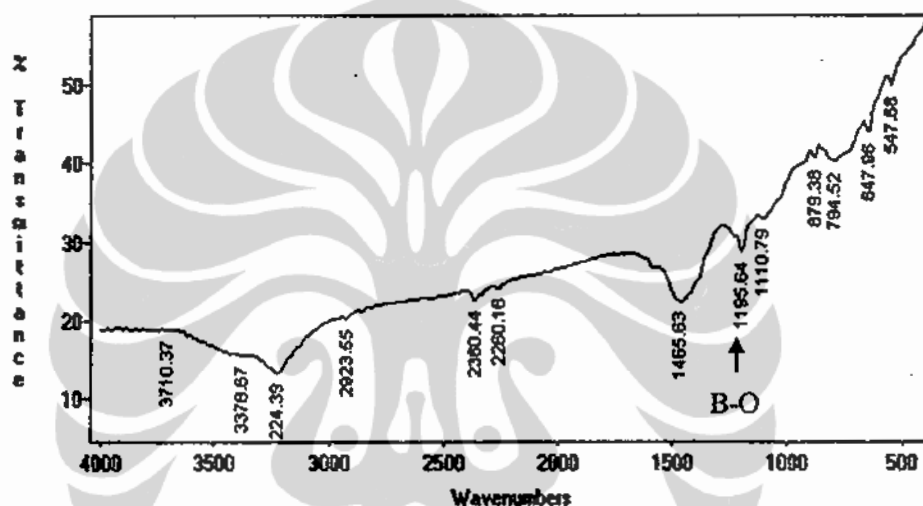
Dari karakteristik FTIR, sampel F2-T1300E (hasil Metode-II milling basah dengan pelarut aquades) merupakan hasil yang sangat baik, bahkan puncak-puncak bilangan gelombang sudah sangat tajam pada daerah ikatan B-C dari B_4C . Tidak terlihat adanya B_2O_3 namun puncak fasa karbon masih jelas pada bilangan gelombang $1396,20\text{ cm}^{-1}$. Namun biasanya vibrasi ikatan B-O dari B_2O_3 , disini bilangan gelombang ikatan B-C masih terletak di daerah $1087,65\text{ cm}^{-1}$ ini berarti masih ada fasa B_2O_3 di dalam hasil sintesis tersebut walau sangat kecil. Kalau fasa B_2O_3 tidak ada sama sekali maka bilangan gelombang ikatan B-C pada daerah $1079,64\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.3.2. Pola FTIR Hasil Sintesa Metode-III Temperatur $1300\text{ }^\circ\text{C}$

4.2.2.7. FTIR Hasil Sintesis Metode-IIE-M.

Hasil pemurnian tidak menunjukkan adanya bilangan gelombang ikatan B-C tetapi adanya ikatan B-O dari B_2O_3 dan B-O dari B_6O pada daerah ($1195,64 \text{ cm}^{-1}$) hal ini menunjukkan bahwa B_4C telah teroksidasi pada saat proses penghilangan karbon^[56]. Untuk menghilangkan karbon sisa reaksi dilakukan cara lain yaitu dengan re sintesis untuk memperkaya terbentuknya B_4C .



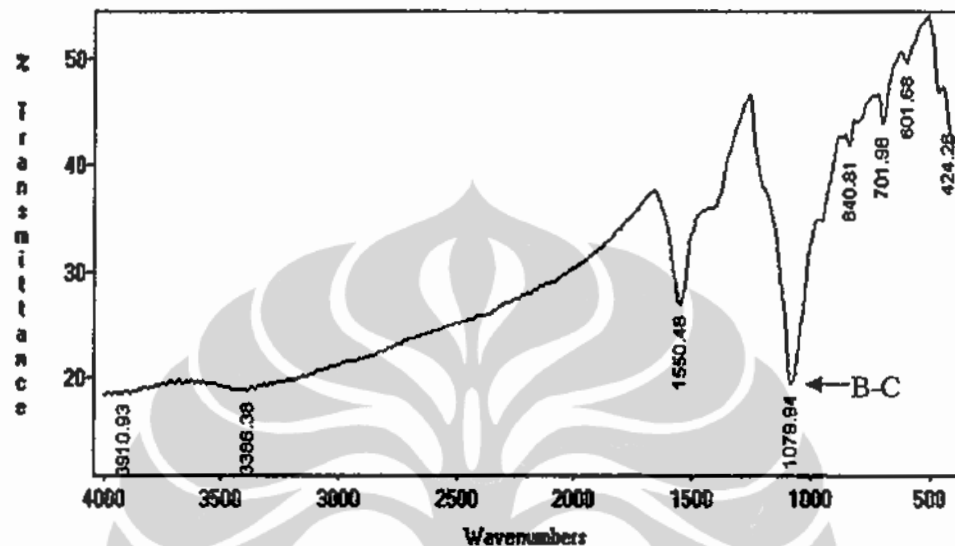
Gambar 4.33. Pola FTIR Hasil Pemurnian Dengan Pelarutan Dan Pemanasan, Kode sampel F2-T1300E-M

4.2.2.8. FTIR Hasil Sintesis Metode-IIE-PM.

Hasil proses pemurnian dengan pengkayaan B_4C menunjukkan hasil yang menggembirakan. Hal ini terlihat dari hasil XRD (Gambar 4.17) yang diperkuat dengan hasil FTIR (Gambar 4.34) dapat teridentifikasi adanya bilangan gelombang dari ikatan B-C yang sangat tajam bahkan lebih jelas dari pada B_4C Aldrich. Proses Re-sintesis dengan kondisi argon pada temperatur $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 1,5 jam, memberikan solusi dalam permasalahan penghilangan karbon sisa reaksi dari pada cara pertama yang akan menyebabkan B_4C teroksidasi menjadi B_2O_3 .

Pada pemurnian metode ini, sudah menunjukkan karakteristik yang sangat baik, hasil uji FTIR menunjukkan bilangan gelombang yang mengindikasikan

adanya ikatan B_4C seperti pada aldrich yaitu $1079,65\text{ cm}^{-1}$ ^[30]. Hal ini menunjukkan bahwa B_2O_3 sudah tidak ada, namun masih ada peak-peak lain dari fasa-fasa sisa reaksi seperti B_2O_3 , B_6O , dan logam impuritis Fe_2O_3 .



Gambar 4.34. Pola FTIR Hasil Pemurnian Proses Pengkayaan F2-T1300E-PM

Namun fasa-fasa impuritis tersebut tidak signifikan jumlahnya sehingga untuk penggunaan sebagai material *body armor* tidak menjadi permasalahan yang berarti. Disamping itu B_6O dan Fe_2O_3 dalam jumlah sedikit diperlukan pada proses sintering.

Pada dasarnya, apabila hasil sintesis ini akan digunakan untuk pembuatan *body armor*, adanya karbon (sisa reaksi) dalam jumlah kecil tidak perlu dihilangkan karena dibutuhkan pada saat proses sintering untuk mengontrol adanya boron bebas yang tidak diinginkan^[24] dan adanya karbon juga akan mempertinggi densifikasi karena pada temperatur tinggi bereaksi dengan B_2O_3 menjadi B_4C ^[57]

4.2.3. Pembahasan Hasil Sintesis Dengan SEM

4.2.3.1. SEM Hasil Sintesis Metode-I

Hasil SEM sampel Metode-I menunjukkan adanya partikel B_4C yang terbentuk sudah memiliki kemiripan dengan partikel dari B_4C aldrich

(Gambar 4.35.) yaitu pada sampel F2-T1560 (Gambar 4.37.) dan sampel F2-T1450 (Gambar 4.36). Akan tetapi masih terlihat adanya agregat dan *impurity* dari fasa-fasa lain selain B_4C itu sendiri, gambar dapat dibandingkan dengan jelas pada Gambar 4.38 dan Gambar 4.39.



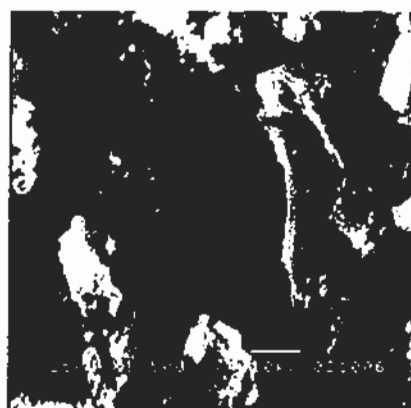
Gambar 4.35. Foto SEM B_4C Aldrich



Gambar 4.36. Foto SEM F2-T1450



Gambar 4.37. Foto SEM F2-T1560



Gambar 4.38. Foto SEM F2-T1300



Gambar 4.39. Foto SEM F2-T1150

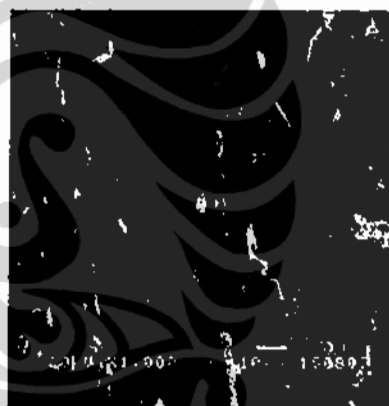
Hal ini bila dibandingkan juga dengan hasil SEM penelitian Alizadeh^[2] Gambar 2.4, menunjukkan kemiripan dengan hasil sintesis sampel F2-1560. Dari karakteristik SEM, dapat mendukung hasil XRD dan FTIR.

4.2.3.2. SEM Hasil Sintesis Metode-IIC

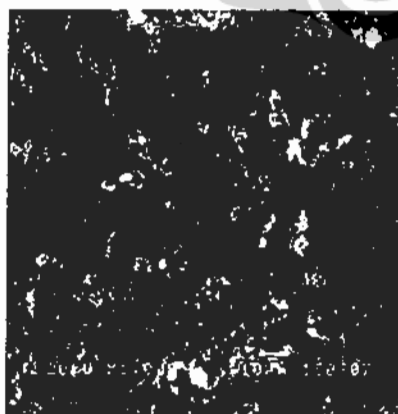
Pada hasil SEM sampel Metode-IIC menunjukkan morfologi butiran yang juga memiliki kemiripan dengan data SEM B₄C aldrich (Gambar 4.35.), namun bila dibandingkan dengan hasil sintesis Metode-I, ukuran butir lebih halus dan merata, hal ini karena reaktan sampel Metode-IIC adalah hasil milling yang sangat lembut.



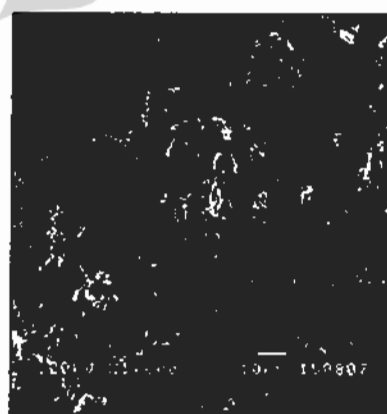
Gambar 4.40. Foto SEM F2-T1300C



Gambar 4.41. Foto SEM F2-T1150C



Gambar 4.42. Foto SEM F2-T1000C



Gambar 4.43. Foto SEM F2-T900C

Namun morfologi dari keempat sampel terlihat sampel F2-T1300C yang menunjukkan morfologi yang lebih mendekati morfologi B₄C Aldrich. Tetapi seperti pada Metode-I, hasil ini juga masih memiliki agregat dan *impurity* dari fasa lain, lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 4.40, Gambar 4.41, Gambar 4.42, dan Gambar 4.43.

4.3. Hasil dan Pembahasan Proses Paduan/Komposit Al₂O₃-TiO₂ dan Al₂O₃-TiO₂-B₄C.

Bahan dasar adalah alumina-titania (Bahan A), ditambah dengan B₄C hasil sintesis (B) dengan persen berat (B) bervariasi, mulai dari ± 3 %, 10 %, 16,66 %, 27,27 %, dan blangko (A). Pemilihan komposisi dibuat berdasarkan referensi dari jurnal-jurnal diantaranya, ^[21,22,23] sintering dilakukan pada temperatur > 1600 °C, tidak bisa dilaksanakan karena keterbatasan kemampuan tungku hanya mampu 1600 °C. Sehingga pengaruhnya hanya terlihat pada penambahan B₄C prosentase kecil (sebagai filler).^[22]

Kode Sampel :

Blangko dengan berbagai tekanan pada specimen :

- Sp-0A = 100 % A (27,8 MPa)
- Sp-0B = 100 % A (125 MPa)
- Sp-0C = 100 % A (187,5 MPa)
- Sp-0D = 100 % A (250 MPa)

Specimen paduan alumina titania-boron karbida (hasil sintesis)

- Sp-1 = 50 gr A + 1.5 gr B, (3 %), (80MPa)
- Sp-2 = 40 gr A + 4 gr B, (10 %), (80 MPa)
- Sp-3 = 12 gr A + 2 gr B, (16,66 %), (250 MPa)
- Sp-4 = 12 gr A + 2 gr B, (16,66 %), (187,5 MPa)
- Sp-5 = 11 gr A + 3 gr B, (27,27 %), (250 MPa)
- Sp-6 = 11 gr A + 3 gr B, (27,27 %), (187,5 MPa)

Hasil Pengukuran dan Pengujian :

Tabel.4.8. Hasil Penimbangan Berat Awal, Berat Sesudah Sinter, dan % Penyusutan

KODE SAMPEL	BERAT SEBELUM SINTER (gr)	BERAT SESUDAH SINTER (gr)	PENYUSUTAN (gr)	% PENYUSUTAN
Sp-0A	6,500	4,885	1,615	24,85
Sp-0B	6,500	4,637	1,863	28,66
Sp-0C	6,491	4,848	1,643	25,31
Sp-0D	6,500	6,017	0,483	7,43
Sp-1	50,102	45,526	4,576	9,13
Sp-2	40,014	34,413	5,601	13,99
Sp-3	6,491	3,598	2,893	44,57
Sp-4	6,500	2,858	3,642	56,03
Sp-5	6,409	5,008	1,401	21,86
Sp-6	6,409	4,196	2,213	34,53

Dari data pengukuran % berat penyusutan spesimen sesudah proses sintering, bahwa untuk spesimen blangko (alumina 3 % titania tanpa boron karbida) dilihat dari besarnya tekanan yang diberikan pada spesimen, menunjukkan bahwa pengaruh tekanan cukup signifikan. Pada tekanan 27,8 MPa dibandingkan yang lebih kecil didapat % berat penyusutan terkecil. Dari data diatas tekanan tidak berbanding linear dengan penyusutan, karena proses pengerjaan, bentuk cetakan, dan banyaknya bahan pengikat (CMC) juga menentukan sempurna tidaknya pembuatan spesimen. Untuk itu diperlukan pengulangan-pengulangan sampai menemukan kondisi yang tepat. Indikator ini digunakan untuk spesimen paduan yaitu Sp-1 dan Sp-2 (tekanan 80 MPa, karena spesimen besar), menunjukkan % berat penyusutan yang relatif kecil juga. Karena tekanan yang besar menyebabkan spesimen tidak terbentuk pori sehingga penyusutan kecil.^[17] Pada sampel Sp-3 dan Sp-4 demikian juga Sp-5 dan Sp-6 tekanan yang lebih besar penyusutan lebih kecil. Di dalam material dapat terjadi cacat volume (*volume defect*) berupa crack (retak)/pori-pori, inklusi, presipitat,

fasa kedua dan lain sebagainya. Kehadiran volume defect di dalam material biasanya memberikan suatu implikasi (misalnya terhadap sifat material) yang akan menyebabkan perubahan-perubahan densitas material (terutama dengan adanya pori-pori ataupun fasa kedua pada material). Dengan adanya pori-pori maka densitas material < densitas teoritisnya. Densitas adalah (ρ) = massa/Volume, pada kristal secara teoritis densitas teoritis dapat dihitung sebagai berikut :

$$\rho = \frac{n \cdot A}{V_c \cdot N_A}$$

Dimana : n = jumlah atom per unit sell

A = Berat Atom

V_c = Volume per unit sell

N_A = Bilangan Avogadro (6,023 x 10²³ atom/mol)

Dengan adanya pori-pori masa akan turun., dengan adanya fasa kedua maka $\rho = \rho_1 V_1 + \rho_2 V_2$ dimana ρ_1 (densitas fasa utama), ρ_2 (densitas fasa kedua), V_2 (fraksi volume fasa kedua). Adanya volume *defect* dapat berpengaruh pada kekuatan material.^[58]

Dari hasil perhitungan dengan menggunakan data kristalografi,^[59,60] densitas teoritis sampel blangko (Sp-0D) adalah 3,99 gr/cm³ dan densitas material hasil sintering adalah 3,74 gr/cm³ (93,6 % dari densitas teoritisnya). Hal ini menunjukkan bahwa proses sintering dalam pembuatan paduan/komposit sudah cukup baik > 90 %. Pada sampel Sp-1 (penambahan *filler* 3 % B₄C) densitas teoritis dari hasil perhitungan menggunakan data kristalografi^[61,62,63,64,65] adalah 3,96 gr/cm³ dan densitas material hasil sintering 3,43 gr/cm³ (86,5 % dari densitas teoritisnya) < dari sampel blangko Sp-0D. Hasilnya menurun dimungkinkan karena tekanan pada sampel Sp-1 adalah 80 MPa < dari pada blangko 250 MPa, sehingga kurang *compact*, masih adanya pori-pori pada hasil paduan tersebut. Untuk melihat *performance* kedua sampel tersebut dapat dilihat pada hasil uji *hardness* dan *fracture toughness*.

Tabel. 4.9. Hasil Pengukuran Densitas, *Hardness*, Modulus Elastisitas, *Fracture toughness*, dan Nilai D

Kode Spesimen	Densitas [gr/cm ³]	Kekerasan [GPa]	Kekerasan [HV ₁₀]	K _{Ic} [MPa.m ^{1/2}]	Modulus Elastisitas (E) [GPa]	D = $\frac{0,36 (HV \cdot c \cdot E)}{K_{Ic}^2}$
Sp-0A	3,89	3,67	374	1,62	200	10,07 (c)
Sp-0B	3,63	4,20	428	1,59	200	11,96 (c)
Sp-0C	3,96	6,32	645	1,51	200	19,96 (c)
Sp-0D	3,74	10,45	1065	3,12	317	122,64 (c)
Sp-1	3,43	10,61	1082	3,08	317	127,65 (c)
Sp-2	2,95	8,57	874	4,53	348	52,39 (c)
Sp-3	3,23	7,29	743	3,6	325	65,86 (c)
Sp-4	2,68	2,89	294	3,14	325	34,31 (c)
Sp-5	2,65	7,27	741	3,48	314	67,80 (c)
Sp-6	2,62	4,76	485	3,35	337	51,42 (c)

Di dalam menganalisis keramik tahan peluru (*ballistic performance*), material tidak bisa dilihat pada salah satu uji karakteristik saja tetapi harus komprehensif dimana nilai ketahanan balistik adalah integrasi dari beberapa karakteristik diantaranya adalah nilai kekerasan, elastisitas, *fracture toughness*, *sonic velocity*, dan lain-lain.^[7] Uji *sonic velocity* belum dapat dilaksanakan karena sampai saat ini alat belum tersedia, sehingga untuk menganalisis hasil penelitian paduan ini menganggap pengaruh sifat *sonic velocity* sebagai konstanta (c). Tabel.4.9, menunjukkan bahwa specimen blangko (Sp-0A, Sp-0B, Sp-0C, Sp-0D) mempunyai nilai kekerasan cukup signifikan perbedaannya, dimana dengan tekanan yang tinggi (Sp-0D) menghasilkan kekerasan yang tinggi pula,^[17] demikian pula nilai D (ketahanan balistik)^[10] Sp-0D mempunyai nilai urutan D yang tinggi. Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap proses sintering adalah bahan aditif, ukuran butir, temperatur dan waktu pembakaran, tekanan, dan kondisi pembakaran (atmosferis atau inert). Dengan tekanan yang tinggi maka proses pemadatan akan lebih kompak dan padat membuat bidang kontak antar partikel menjadi lebih baik, sehingga terjadinya ikatan antar partikel yang berdekatan lebih besar.^[17] Hal ini terlihat juga pada spesimen paduan alumina titania-boron karbida dimana tekanan yang besar menghasilkan kekerasan maupun nilai D yang lebih besar.

Pada paduan alumina titania-boron karbida, terlihat bahwa dengan paduan 3 % (Sp-1) menunjukkan hasil kekerasan dan nilai D yang tinggi hal ini dipengaruhi banyak factor, yang pertama faktor temperatur. Temperatur sintering adalah sedikit dibawah temperatur melting pointnya. Karena B_4C mempunyai titik lebur $2447\text{ }^\circ\text{C}$ ^[11] maka temperatur sinter paduan sesuai dengan komposisi material pembentukannya. Melting point (alumina = $2054\text{ }^\circ\text{C}$, titania = $1870\text{ }^\circ\text{C}$, boron karbida = $2447\text{ }^\circ\text{C}$) maka minimal temperatur sintering paduan tersebut merupakan 0,75 – 0,8 jumlah dari masing-masing komposisi dikalikan dengan temperatur melting point nya^[20,21,23,25]. Sebagai contoh dapat dihitung sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Sp-0A} &= 97\% \text{ Alumina } 3\% \text{ titania} = 0,775 (0,97 \times \text{melting point alumina} \\ &+ 0,03 \times \text{melting point titania}) = 0,775 (0,97 \times 2054 + 0,03 \times 1870) = \\ &1587\text{ }^\circ\text{C}. \end{aligned}$$

Dari perhitungan tersebut maka untuk specimen paduan temperature sinter tercapai minimal pada $1587\text{ }^\circ\text{C}$ sedangkan untuk paduan > dari 3 % temperature sinter tercapai minimal pada $1653\text{ }^\circ\text{C}$. Karena kemampuan tungku hanya $1600\text{ }^\circ\text{C}$, maka tungku tersebut tidak mampu untuk proses sintering specimen paduan > 3 % boron karbida. Hal ini dapat terlihat pada specimen Sp-2 s/d Sp-6 temperatur sinter belum tercapai karena pembakaran pada temperatur $1600\text{ }^\circ\text{C}$. Karena proses sintering tergantung banyak faktor, maka aditif B_4C > 3 % memerlukan temperatur sinter yang lebih tinggi dari $1600\text{ }^\circ\text{C}$. Pembuatan komposit sehingga didapatkan densifikasi > 93% densitas teoritisnya, temperatur sintering alumina-boron karbida > $1600\text{ }^\circ\text{C}$.^[19,20,21,23] Hal ini dapat dilihat dari nilai kekerasan dan nilai D, porositas tinggi karena proses densifikasi tidak optimal (temperatur belum terlampaui). Bahan aditif akan meningkatkan sifat mekanik, hal ini dapat dilihat pada sampel Sp-1 dimana densitas 86,5 % dari densitas teoritisnya, namun hasilnya cukup tangguh dilihat dari nilai kekerasan, dan D balistiknya masih lebih unggul dibandingkan dengan sampel blangko. Menurunnya prosentase densitas menunjukkan adanya porositas dan menghambat pertumbuhan kristal yang terlalu besar. Secara umum tingkat densifikasi optimal akan diperoleh apabila kecepatan pembakarannya konstan hingga mencapai temperatur maksimal sinternya kemudian ditahan pada temperatur tersebut dalam waktu yang cukup lama.

Temperatur berperan dalam mendifusikan partikel *filler* ke dalam matriks, kalau temperatur tidak mencukupi maka temperatur sintering tidak tercapai, akibatnya *filler* tidak mengisi matriks, sehingga tidak terjadi penguatan (*reinforcement* tidak terjadi). Disamping itu *filler* harus lebih halus dari pada matriks nya sehingga dapat mengisi pori-pori di dalam matriks tersebut atau dapat mendifusi membentuk *reinforcement*. Fenomena yang terlihat pada penambahan *filler* $B_4C > 3\%$, kenapa hasil *performance* menurun, hal ini dikarenakan pada saat pencampuran dengan proses *milling*, butiran B_4C lebih keras dari pada ballmill nya sehingga sulit mendapatkan butiran yang lembut, maka pada saat proses pencampuran dengan cara *milling*, ukuran butiran alumina-titania sebagai matriks lebih besar dari pada *filler* nya, maka hasil campuran dan distribusi butiran tidak homogen, hal ini akan membentuk rongga-ronga atau pori pada saat proses sintering. Sedangkan pada paduan $B_4C 3\%$ karena jumlahnya sedikit, masih dapat terdispersi dengan merata pada saat *milling*, sehingga masih dapat homogen dalam campuran. Ini dibuktikan densifikasi $<$ dari pada blangko, namun *performance* masih lebih tangguh dibandingkan dengan blangko. Disamping faktor tersebut diatas, kondisi atmosfer di dalam tungku pembakaran dapat mempengaruhi proses densifikasi dan pembentukan struktur mikro nya. Apabila terdapat gas tertentu yang tidak mudah terserap atau terlarut oleh partikel-partikel padatnya, maka gas tersebut akan terperangkap dan mengganggu proses densifikasi ^[17]

Melihat fenomena sintering boron karbida, masih banyak hal yang dapat dikembangkan diantaranya adalah rekayasa *milling* agar serbuk B_4C sebagai *filler* dilembutkan dahulu sampai didapatkan butiran yang halus, waktu penahanan pada suhu sintering perlu ditambah, pengaturan kondisi sintering pada ruang *furnace*, dan tekanan plat yang optimal. Apabila faktor-faktor tersebut dioptimalkan, dimungkinkan masih dapat meningkatkan densifikasi paduan dengan hasil yang lebih optimal untuk mendapatkan paduan/komposit dengan *performance* tinggi yang tahan tembakan (*anti balistik*).

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan.

Dari data dan hasil pembahasan penelitian yang telah dijelaskan dalam bab sebelumnya, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

Pada Metode-I (ukuran butiran hasil milling \pm 300 mesh), pembentukan fasa B_4C dari uji XRD dan FTIR, terjadi pada komposisi F2 yaitu pada perbandingan mol asam borat : karbon : asam sitrat adalah 4 : 6 : 1/6, pada temperatur 1450 °C dan temperatur optimal pada 1560 °C, dengan lama penahanan masing-masing 1-1,5 jam. Fasa-fasa yang terbentuk \pm 83,96 % B_4C ($R\bar{3}m$) dengan struktur kristal rombohedral, 2,56 % B_2O_3 ($P3_1$) struktur kristal heksagonal dan 13,48 % karbon ($P6_3/mmc$) struktur kristal heksagonal. Uji FTIR menunjukkan adanya ikatan B-C dari B_4C pada bilangan gelombang (wave number) 1087,65 cm^{-1} .

Pada Metode-II (ukuran butiran hasil milling \pm 76 % < 1 mikron), metoda milling basah dengan pelarut aquades (Metode-IIC dan Metode-IIE) menunjukkan hasil lebih baik dari Metode-I dan Metode-II yang sebelumnya, dengan hasil pembentukan boron karbida fasa B_4C yang optimal pada temperatur 1300 °C, dengan lama penahanan 1,5 jam. Pada Metode-IIC hasil sintesis didapat fasa B_4C ($R\bar{3}m$) struktur kristal rombohedral, sedikit karbon sisa reaksi ($P6_3/mmc$), fasa B_2O_3 ($P3_1 2_1$) struktur kristal trigonal/rombohedral, fasa B_6O ($R-3mH$) struktur kristal rombohedral, dan Fe_2O_3 ($R\bar{3}c$) struktur kristal trigonal. Uji FTIR menunjukkan adanya ikatan B-C pada bilangan gelombang (wave number) 1087,65 cm^{-1} .

Pemurnian dengan pelarutan dan pemanasan tidak efektif karena ternyata B_4C hasil sintesis teroksidasi dan kembali membentuk B_2O_3 , akan tetapi dengan teknik re-sintesis didapatkan hasil sesuai yang diharapkan, hal ini dapat dilihat dari uji FTIR yang menunjukkan adanya fasa B_4C dengan intensitas tinggi, bahkan puncak serapan infra merah ikatan B-C terdapat pada 1079,64 cm^{-1} sama seperti yang terdapat pada fasa B_4C produk Aldrich, terlihat tidak ada pergeseran pita serapan.

Hasil foto SEM pada Metode-I dan Metode-II belum terlihat jelas karena masih berupa agregat dan bercampur dengan fasa lain. Secara keseluruhan, dapat disimpulkan bahwa pada sintesis pembentukan B_4C dengan metode reduksi karbotermik diperlukan ko-reduktan, ukuran butir prekursor yang sekecil mungkin, dan metode proses pencampuran basah dengan pelarut aquades. Untuk memaksimalkan hasil sintesis maka perlu dilakukan proses re-sintesis.

Hasil penguatan B_4C pada alumina titania didapat hasil uji yang lebih baik dari pada alumina-titania yang tidak diperkuat (blangko). Hal ini menunjukkan bahwa adanya B_4C dalam komposit alumina-titania dapat menaikkan *performance* hasil komposit tersebut. *Performance* dapat dilihat pada komposit yang optimal pada sampel Sp-1 (3 % berat B_4C) dengan nilai *hardness* 1082 HV₁₀, *fracture toughness* 3,08 MPa.m^{1/2} dan nilai D balistik 127,66 (c), sedangkan blangko alumina-titania sampel [Sp-0D] memiliki nilai *hardness* 1065 HV₁₀, *fracture toughness* 3,12 MPa.m^{1/2} dan nilai D balistik 122,64(c).

5.2. Saran.

Dalam melakukan proses sintesis sudah ditemukan teknik dengan hasil yang cukup baik, akan tetapi perlu peningkatan proses milling yang efektif dan tungku yang memadai untuk membuat B_4C dalam jumlah yang banyak.

Untuk lebih meningkatkan hasil komposit alumina titania yang diperkuat B_4C , perlu dilanjutkan penelitian dengan mengoptimalkan faktor-faktor yang berpengaruh terhadap proses sintering yaitu temperatur, waktu, ukuran butir bahan paduan, bahan aditif, dan kondisi ruang tungku.

DAFTAR REFERENSI

- [1] Renzi, M, Yoshio, B. (2002). High purity single crystalline boron carbide nanowires, *Chemical Physics Letters* 364, 314, 317
- [2] Alizadeh, A, Taheri-Nassaj, E, Sani N. E. (2004). Synthesis of boron carbide powder by a carbothermic reduction methode, *Journal of the European Ceramic Society* 24, pp. 3227-3234.
- [3] Liang, S, Yunle, G, Luyang, C, Yitai, Q, Zeheng, Y, Jianhua, M. (2003). A low temperature synthetisis of crystalline B₄C ultrafine powders, *Solid State Communication*, 128, pp. 5-7
- [4] Deng, F, Xie, H.Y, Wang, L. (2006). Synthesis of submicron B₄C by mechanochemical method, *Materials letters*, 60 1771-1773
- [5] Dini, H. (2007). Sintesa boron karbida dari asam borat-karbon aktif, dan asam sitrat dengan co-reductor Mg," *Tesis, Program Pascasarjana, Program studi Ilmu material, Universitas Indonesia.*
- [6] Eugene, M. (2002). Alumina Ceraamics for Ballistic Protection Part-1, Ceramic Protection Corp, *American Ceramic Society Bulletin*, Calgary, Alberta, Canada, March Vol 81, No 3.
- [7] Eugene, M. (2002). Alumina ceramics for ballistic protection part-2, *American Ceramic Society*, Ceramic Protection Corp, Calgary, Alberta, Canada, Bulletin Vol 81, No 4.
- [8]. Vast, N, Beusson, J.M, Baroni, S, Corso, A. D. (2000). Atomic structur and vibrational properties of icosahedral α -boron and B₄C boron carbide, *Computational Material Science* 17, 127-132
- [9] Shampa, M, Ajit K B. (2004). Low-temperature synthetic route for boron carbide, *Jurnal of the European Ceramics Society*, 25, 287-291.

- [10] Knudsen, A.K. (1987). Laser driven synthesis and densification of ultrafine boron carbide powder, *Advances in Ceramic, Ceramic Powder Science*, vol.21.
- [11] Sinha, A., Mahata, T, Sharma, B.P. (2001). Carbothermal route for preparation of boron carbide powder from boric acid-citric acid gel precursor, *Journal of Nuclear Materials*, 301, 165-169
- [12] Khanra, A.K. (2007). Production of boron carbide powder by carbothermal synthesis of gel material, *Bull.Mater.Sci*, vol.30.No.2, pp.93-96
- [13] Jingquang, W. (2002). Synthesis of boron carbide from boron and carbon CNTs method with chemical vapor deposition (CVD) and Ni as the catalyst, *The Journal of Physical Chemistry*, Vol.107, no.21
- [14] Umberto, A.T, dan Zuhair, A.M. (2005). Influence of synthesis temperature on the defect structure of boron carbide : Experimental and Modeling Studies, *Journal American Ceramics Society*, 88 [6] 1382-1387.
- [15] Musfira, CFT. (2006). Sintesa boron karbida dari asam borat-karbon aktif, dan asam borat-glukosa” *Tesis, Program Pascasarjana, Program studi Ilmu material*, Universitas Indonesia.
- [16] Dwinanto. (2008). Sintesa Boron Karbida Menggunakan Metode Reduksi Karbotermik dari Asam Borak, Asam Sitrat dan Karbon Aktif, *Tesis, Program Pascasarjana, Program studi Ilmu material*, Universitas Indonesia.
- [17] Supomo. (1995). Proses Sintering, *Informasi Teknologi Keramik dan Gelas*, No.64-65.
- [18] James, S.R. (1995). Principles of ceramics processing, 2nd ed , *Jonh Wiley & Sons.Inc.*, New York.
- [19] Frage, N, Levin, L, dan.Dariel, M.P. (2003). The Effect of the Sintering atmosphere on the Densification of B₄C Ceramics, *Journal of Solid State Chemistry*, 177 410-414.

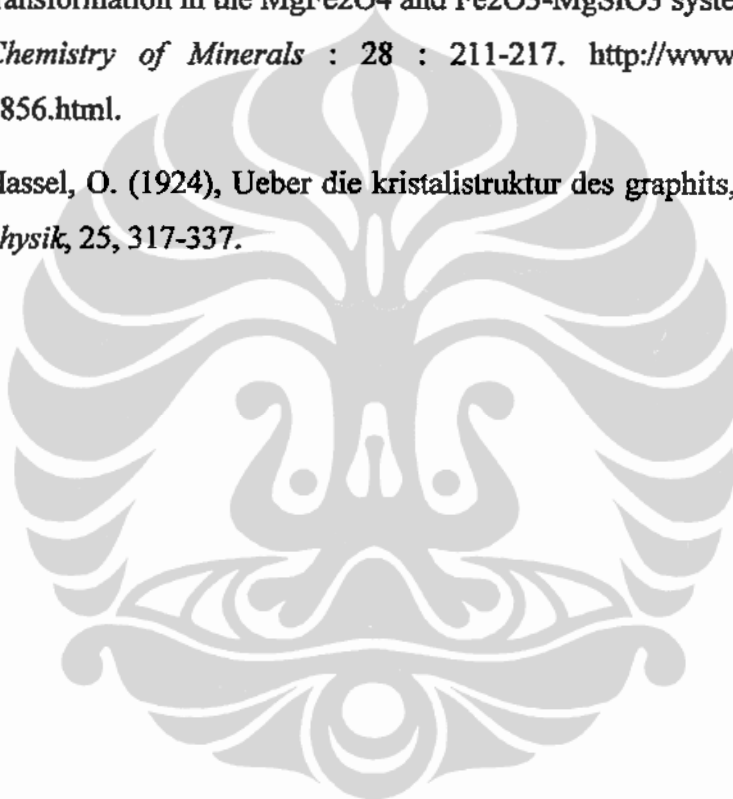
- [20] Zorzi, J.E, Perotoni, C.A, Jornada, J.A.H.D. (2005). Hardness and Wear Resistance of B₄C Ceramics prepared with several additives, *Material letters* 59, 2932-2935
- [21] Choong-Hwan, J, Sang-Jin, L. (2005). Machining of Hot Pressed Alumina-Boron Carbide Composite Cutting Tool, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 23, 171-173.
- [22] Jung dan Kim. (1991). Sintering and Characteruzation of Al₂O₃- B₄C Composite, *Journal of Material Science* , 26 .pp.5037-5040.
- [23] Jeng, L, Darrel, O, P. (1991). Physical Properties of Alumina-Boron carbide Whisker/Particle Composites, *Ceramic Engineering and Science Proceeding*, vol. 12, issue 7-8 pp 1245-1253.
- [24] Dongsheng. (1994). Control of Boron Content During Sintering of B₄C dispersed Al₂O₃ Pellets, *Journal of Central South Institute of Mining and Metallurgy*.
- [25] Takayasu, I, dan Kazuo, K. (1987). Some Roles of MgO and TiO₂ in Densification of a Sinterable Alumina, *Journal American Ceramics Society*, 70 [12] 885-90.
- [26] Benhard, F, dan Alain, M. (1987). Aluminum Titanate Formation by Solid-State Reaction of Fine Al₂O₃ and TiO₂ Powder, *Journal Am.Ceramics Society*, 70 [1] 33-38.
- [27] Spohn, M.T. (1993). Direct reaction of carbon with boron to produce boron carbide, *American Ceramics Society, Bull.*72.88.
- [28] Bose, D.K, Nair, K, dan Gupta, C.K. (1986). Production of high purity boron carbide, high temperature material and process, 7 (2-3),133-140.
- [29] Alan, W. W. (1997). Carbide, nitride and boride materials synthesis and processing. *Chapman & Hall*, London, Newyork. ISBN 0-412-54060-6. <http://en.wikipedia.org/wiki/Boron-carbide#column-one>.

- [30] Bingqing, W, Vajtai, R, Yung-Joon, J, Banhart, F, Ganapathiraman, R, dan Pulickel, A. (2002). Massive icosahedral boron carbide crystals, *The Journal of Physical Chemistry*, Vol.106, no.23.
- [31] Francesco, M, Nathalie, V, and Chrisj, P. (2001). Atomic structure of icosahedral B₄C boron carbide from a first principle analysis of NMR Spectra, *Physical Review Letters*, vol. 87, number 8.
- [32] Mohanty, R.M, Balasubramanian, K, Seshadri, S.K. (2007). Multiphase formation of boron carbide in B₂O₃-Mg-C based micropyretic process, *Journal of Alloys and Compounds* 441, 85-93, Madras, India.
- [33] Newkirk, A.E dan Hoard, J.I. (1961). Borax to Boranes, *Advan. Chem.Ser.*, 32,27-52.
- [34]. Patnaik, P. (2003). Handbook of inorganic chemical compounds. *Mc Graw-Hill*. P.119. ISBN 0070494398. Retrived 2009-06-06. http://www.wikipedia.org/wiki/boron_trioxide.
- [35]. Kobayashi, M, Higashi, I, Brohag, C, Thevenot, F. (1993). Structure of B₆O boron-suboxide by Reitveld refinement, *Journal of Material Science* 28 : 2129-2134.doi : 10.1007/BF00367573
http://www.wikipedia.org/wiki/boron_suboxid
- [36] Shabalala, TC, Lachlan, M, D.S, Sigalas, I, Hermann, M. (2008). Hard and tough boron suboxide based composites, *Ceramics International* 34, 1713-1717, Dresden, Germany.
- [37]. Allen, A.H. (1904). The determination of boric acid in cider, fruits, etc, *Analyst*,29:301.doi:10:1039/an9042900301.
http://www.wikipedia.org/wiki/boric_acid.
- [38]. Sawatimskiy, A. (2005). Measurements of the melting point of graphite and the properties of liquid carbon (*a review for 1963-2003*). *carbon* 43 : 1115. doi : 10.1016/j.carbon.2004.12.027.
<http://www.wikipedia.org/wiki/carbon>

- [39] Engber, Daniel. (2005). How does Activated Carbon Work? *Aryafatta. Wordpress.com/.../meningkatkan-nilai-arang-tempurung-jadi-karbonaktif/*
- [40] Rehmand, H.J.G, Reed, (2000). Citric acid, natural food anti microbial system, *CRC Press*, London.
- [41] Hull, Derek. (1981). An Introduction to composite materials, *Cambridge University*, USA. www.en.wikipedia.org/composite.
- [42]. Baker, M, MSDS. Alumunium oxide : *Material safety data sheet* (A28440). <http://www.wikipedia.org/wiki/alumina>.
- [43]. Greenwood, Norman, N, Eamshaw, A. (1984). Chemistry of the elements, *Oxford Pergamon*, pp.1117-19, ISBN 0-08-022057-6. <http://www.wikipedia.org/wiki/titania>
- [44]. PCPDFWIN, (1997), *International Centre for Diffraction Data – JCPDS*, v.1.30.
- [45]. Villars, P, & Calvest, L.D. (1985). *Pearson's Handbook of Crystallographic Datafor Intermetallic Phase*, Vol 1-6, American Society for Metals, Metals Park, Ohio.
- [46] Allen, C, L dan Robert, B, Von, D. (2004). GSAS Manual, Los Alamos National Laboratory, *The Regents of the University of California*.
- [47] Cullity, B.D. (1978). Element of X-Ray Difrraction, *Wesly Publishing Company, Inc*, 2nd edition, University of Notre Dame, Indiana.
- [48] Kebamoto. (2003). Bahan kuliah prinsip pemakaian SEM dan EDX, untuk mahasiswa Pascasarjana Program studi Material Science, FMIPA-UI.
- [49] Instruction Manual, Jasco Model IRA-1, *Grating Infrared Spectrophotometer*, Japan Spectroscopic Co. LTD.
- [50] Hardjono, S. (1992)., *Spektroskopi Infra Merah*, *Liberty*, Yogyakarta.
- [51] Norman, E.D, *Mechanical Behavior of Materials, Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue*, second ed, *Prentice hall International Inc*, Virginia.

- [52] Muljadi, K.A, Zaini T, Pardamean S.(2008), Studi perubahan struktur kristal , kekerasan vickers dan ketangguhan pada keramik Cubic – ZrO_2 yang diberi aditif Al_2O_3 , *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II*, Universitas Lampung, ISBN : 978-979-1165-74-7 V-183.
- [53] Scholz, T., Schneider, G.A., Munoz-Saldana, J, Swain, M.V. (2004). Fracture Toughness From Submicron Derive Indentation Cracks. *Applied Physics Letters*, Vol. 84, No.16.
- [54] ASTM C1421 - 01b (2007) Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature .
- [55] Albakry, M, Guazatto, M., Swain, M. (2003). Fracture Toughness, Microstructure and Toughening Mechanism of Leucite and Lithium Disilicate Glass Ceramics, *Keys Engineering Materials* Vol. 240-242, 955-95.
- [56] Li, Y.Q, .Qiu, T. (2007). Oxidation Behavior of Boron Carbide Powder, *Materials Science and Engineering*, A444, 184-191.
- [57] Dole. (1989). Microstructural Coarsening During Sintering of Boron carbide, *Journal American Ceramics Society*, 72 [6] pp.958-966.
- [58] Callister, W D. (1997), *Materials Science and Engineering*, Departemen of Metallurgical Engineering The University of Utah, *John Wiley & Sons, Inc*, 4thed, New York.
- [59] Shizawa, N, Miyata, T, Minato, I, Maruno, F, Iwai, SI. (1968). A structural investigation of alpha- Al_2O_3 at 217 °K, *Acta crystallographics*, B (24, 28).
- [60] Baur, W.H, Khan, A.A. (1982), Rutile-type compounds VI SiO_2 , GeO_2 , and a comparison with other rutile-type structure, *Acta crystallographics*, B(24, 38).
- [61] Clark, HK, Hoard, J.L. (1943). The crystal structure of B_4C , *Journal of the American chemical society*, 65, 2115-2119.

- [62] Effenberger, H, Langauer, C.L, Parthe, Z. (1982). Trigonal B_2O_3 with inter space-group symetry results of a re evaluation, *Acta crystallographics*, B (124, 38).
- [63] Higashi, I, Kobayashi, M, Bernhard, J, Brodhaq, C, Thevenot, F. (1991), Crystal structure of B_6O , *AIP conference proceedings*, 201-204.
- [64] Andrault, D, & Boifan-Cassanova, N. (2001), High-pressure phase transformation in the $MgFe_2O_4$ and Fe_2O_3 - $MgSiO_3$ systems : *Physics and Chemistry of Minerals* : 28 : 211-217. <http://www.mindat.org/min-1856.html>.
- [65] Hassel, O. (1924), Ueber die kristalstruktur des graphits, *Zeitschrift fuer physik*, 25, 317-337.





Lampiran.1. Sifat –Sifat Boron Karbida.

No	Sifat	Nilai	Satuan
1	Densitas	2,52	g.cm^{-3}
2	Titik lebur	2447	($^{\circ}\text{C}$)
3	Kekerasan	29-35	GPa
		2957-3568	Vickers hardness
		+9,5-6	(moh's scale)
4	Fracture Toughness	2,9 – 3,7	$\text{MPa.m}^{-1/2}$
5	Modulus Young	450 – 470	GPa
6	Konduktivitas Elektrik	140	(at 25°C) (S)
7	Konduktivitas Termal	30 – 42	(pada 25°C)(W/m.k)
8	Ekspansi Termal	5,73-6	$10^{-6}/^{\circ}\text{C}$
9	Netron termal	600	(barn)
10	Struktur kristal	rombohedral	
11	Warna	Dark gray atau hitam	
12	Kelarutan	Tidak larut dalam air	
13	Poisson's ratio	0,21	
14	Electric resistivity	1	Ohm.cm
15	Ductility	0,48	%

Lampiran 2. Sifat Fisik dari Boron Oksida, dan Sifat-Sifat Asam Borat

a. Sifat Fisik dari Boron Oksida^[33,34]

No	Sifat	Nilai	Satuan
1	Berat Molekul	69,62	gr/mol
2	Density : glass	1,85	gr/cm ³
	liquid	2,46	gr/cm ³
	trigonal	2,55	gr/cm ³
	monoklinik	3,11-3,14	gr/cm ³
3	Titik lebur	450	°C
4	Titik didih	1680	°C
5.	Kelarutan dlm air	2,2	gr/100 gr

b. Sifat-Sifat Asam Borat^[37]

Sifat	
Struktur kristal	Orthorombic
Nama Lain Asam Borat	Boric Acid Optibor
Formula	H ₃ BO ₃
Massa molekul	61,83 Gr/mol
Warna	Padatan kristal putih
Sifat larutan	Larut dalam air dan pelarut organik
Kelarutan dalam air	5,7 g/100 ml (25 °C)
Density dan fasa	1,435 fasa padat g/cm ³
Titik leleh	169°C
Keasaman (pKa)	9,24
Fasa	Padat, cair, gas
Flash point	Non-flamable

Lampiran 3. Sifat-Sifat Karbon dan Sifat-Sifat Asam Sitrat

a. Sifat-Sifat Karbon ^[38,39]

Sifat	Nilai	Satuan
Massa Atom	12.0107(8)	gr/mol
Konfigurasi elektron	$1s^2 2s^2 2p^2$	
Elektron per shell	2, 4	
Fasa	padat	
Densitas(dekat r.t) amorf	1,8 - 2,287	gr/cm ³
Densitas(dekat r.t) (grapite)	2.267	gr/cm ³
Densitas(dekat r.t) (intan)	3,513	gr/cm ³
Titik leleh Triple point	4027 – 4427	°C
Titik didih	3727	°C
Panas fusi (graphite)	100	.kJ/mol
Panas fusi (intan)	120	.kJ/mol
Panas penguapan	355,8	.kJ/mol
Kapasita Panas (graphite) @ 25°C	8,517	.kJ/mol
Kapasita Panas (intan) @ 25°C	6,115	J/mol

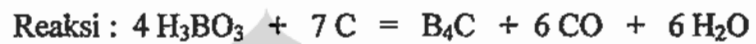
b. Sifat-Sifat Asam Sitrat ^[40]

Sifat	
Struktur kristal	orthorombic
Formula	$C_6H_8O_7$
	$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (hydrate)
Massa molekul	210,13 gr/mol
Warna	Padatan kristal putih
Sifat larutan dalam air	larut dalam air dan sedikit larut dalam alkaline
Densitas, 20 °C	1,542 gr/cm ³
Heat Combution	1962 kJ/mol
Fasa	Padat
Titik leleh	100 °C
pKa	9,24
Fasa	Padat, cair, gas

Lampiran 4. Perhitungan Komposisi Stokiometri Proses Sintesis .

PERHITUNGAN STOKIOMETRI

Menimbang masing-masing bahan baku sesuai perhitungan stokiometri, mengacu pada persamaan reaksi sebagai berikut :



Komposisi Perbandingan Mol Formula F-1 s/d F-8

Formula	H ₃ BO ₃	C	C ₆ H ₈ O ₇ H ₂ O
F-1	4	7	0
F-2	4	6	1
F-3	4	5	2
F-4	4	4	3
F-5	4	3	4
F-6	4	2	5
F-7	4	1	6
F-8	4	0	7

$$\text{BM H}_3\text{BO}_3 = 62 \text{ gr/mol}$$

$$\text{C} = 12 \text{ gr/mol}$$

$$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\text{H}_2\text{O} = 210 \text{ gr/mol}$$

$$\text{A} = 4 \text{ H}_3\text{BO}_3 = 4 \times \text{BM H}_3\text{BO}_3 = 4 \times 62 \text{ gr} = 248 \text{ gr}$$

$$0,4 \text{ mol} = 24,8 \text{ gr.}$$

$$\text{B} = 7 \text{ C} = 7 \times 12 = 84 \text{ gr.}$$

$$0,7 \text{ mol} = 8,4 \text{ gr.}$$

C = Asam sitrat dilihat dari produk CO adalah 6 CO,

$$\text{mol asam sitrat } 1/6 \times \text{BM C}_6\text{H}_8\text{O}_7\text{H}_2\text{O} = 210 \text{ gr} / 6 = 35 \text{ gr.}$$

$$0,1 \text{ mol} = 3,5 \text{ gr.}$$

Sehingga reaktan yang direaksikan masing-masing dapat dilihat pada tabel 3.2.

(Lanjutan)

Komposisi Stoichiometri Berat (Gram) Bahan Awal
dengan Kode Formula F-1 sampai dengan F-8

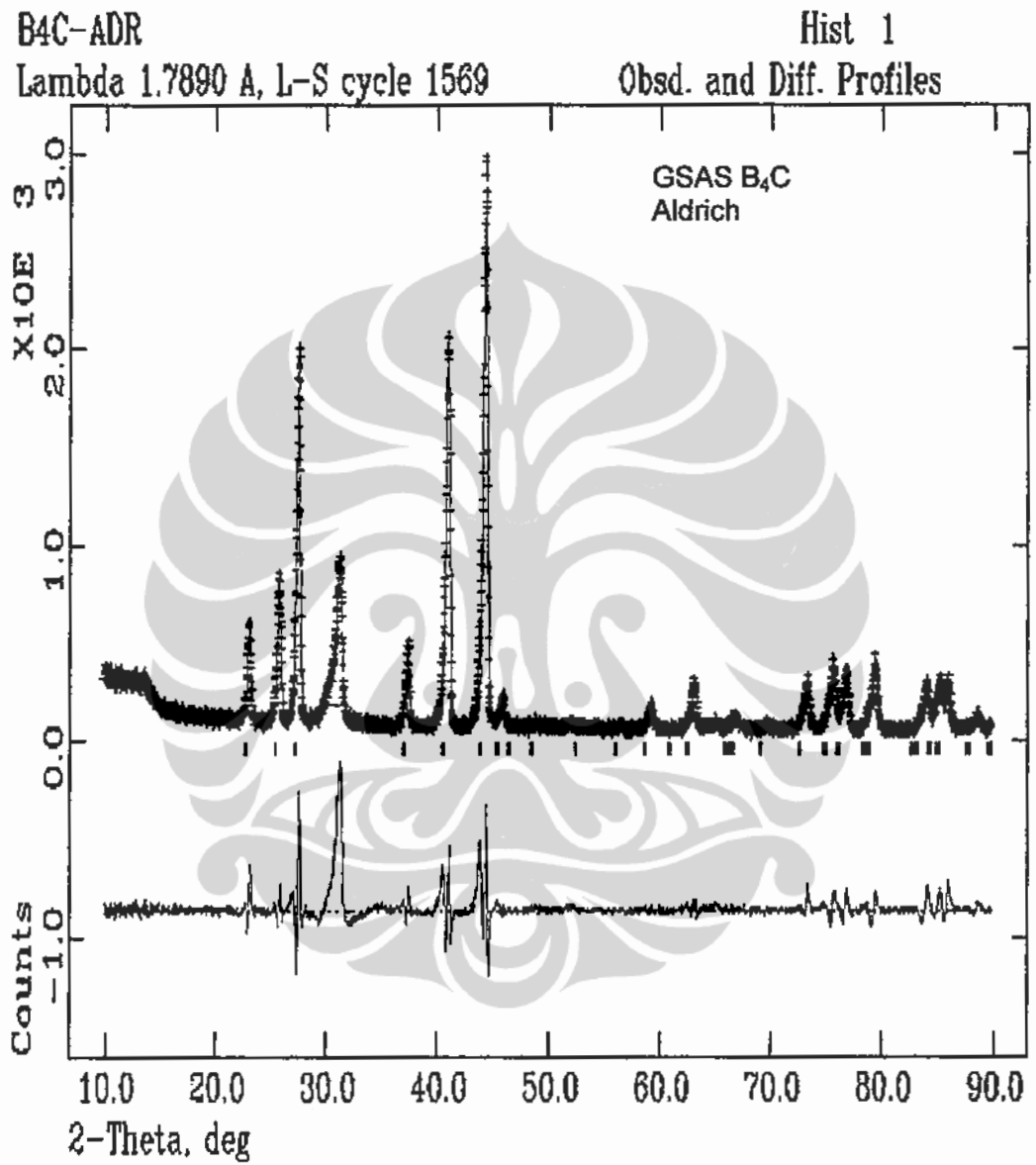
Formula	H ₃ BO ₃	C	C ₆ H ₈ O ₇ H ₂ O
F-1	24,8	8,4 + 5	0
F-2	24,8	7,2 + 5	3,5
F-3	24,8	6 + 5	7
F-4	24,8	4,8 + 5	10,5
F-5	24,8	3,6 + 5	14
F-6	24,8	2,4 + 5	17,5
F-7	24,8	1,2 + 5	21
F-8	24,8	0	24,5

Bahan pereduksi (karbon) diberi berlebihan 20 % x mol Asam borat maka
= $0,2 \times 24,8 = 4,96$ gram dibulatkan jadi 5 gram.

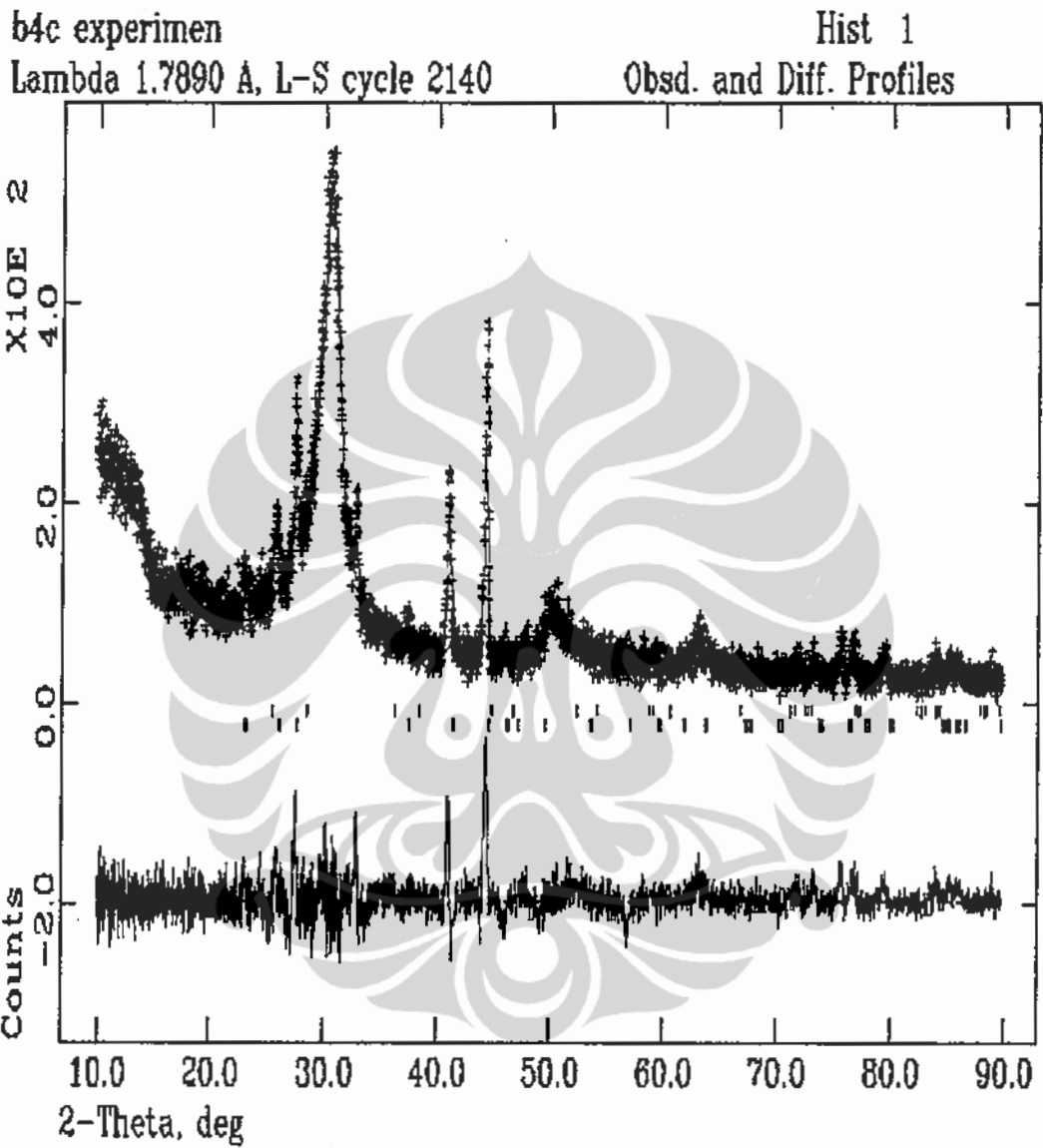
Lampiran 5. Gambar *Furnace* Saat Pembakaran Sampel Metode-I.



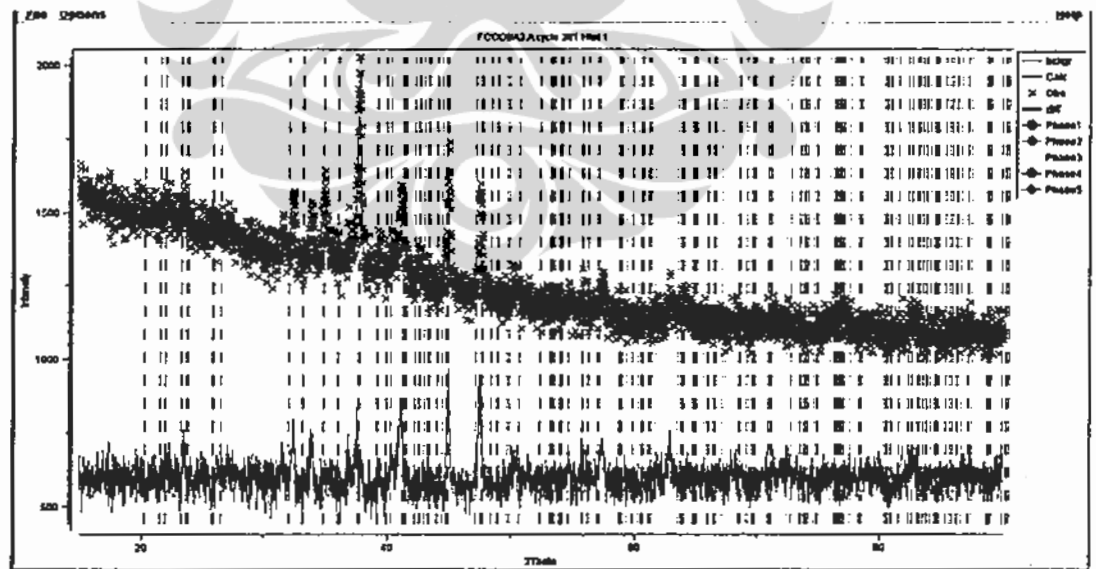
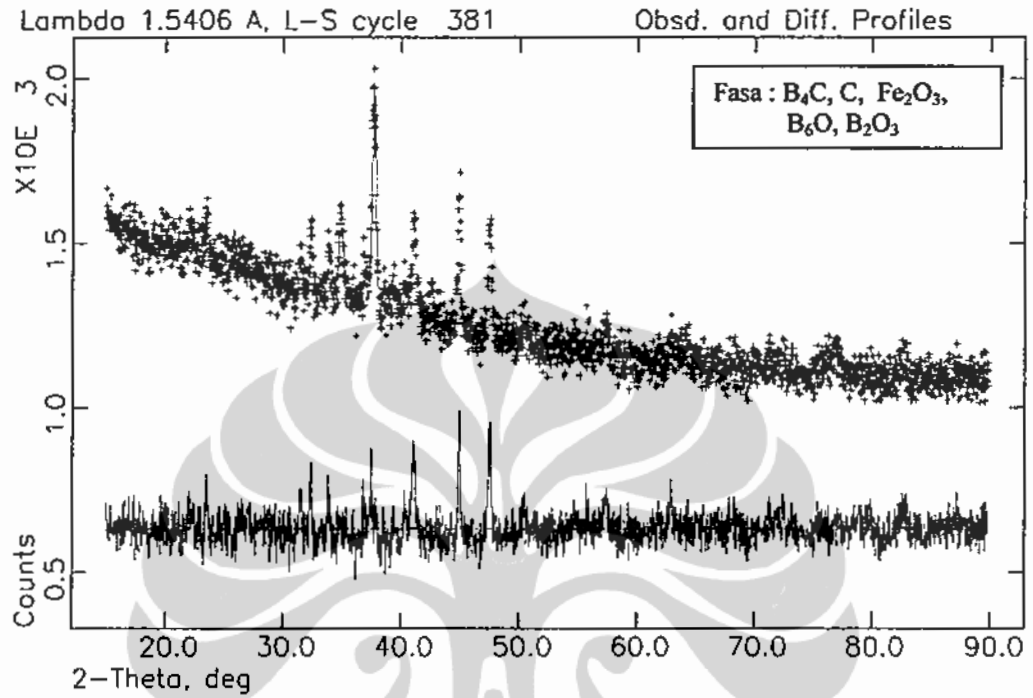
Lampiran 6. Hasil GSAS B₄C Aldrich.



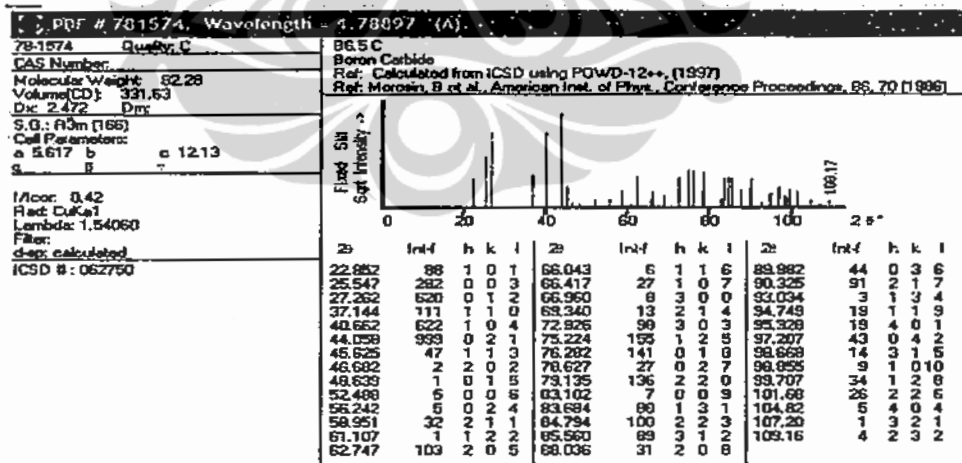
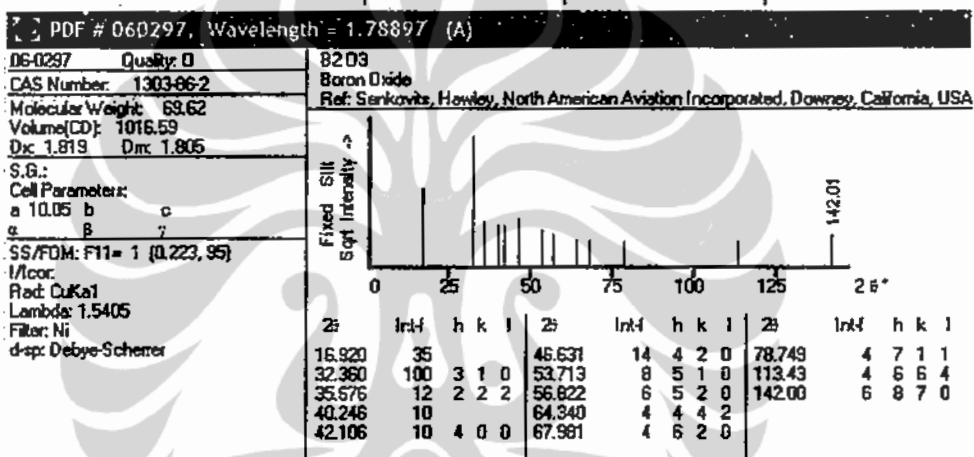
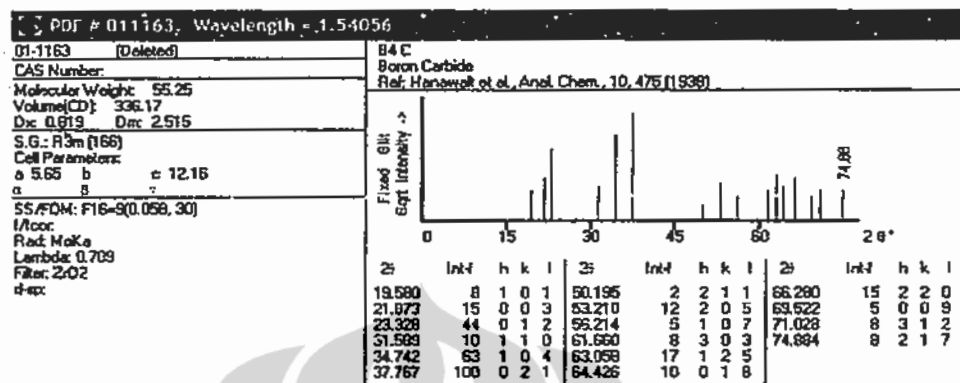
Lampiran 7. Hasil GSAS (Metode-I) F2-T1560

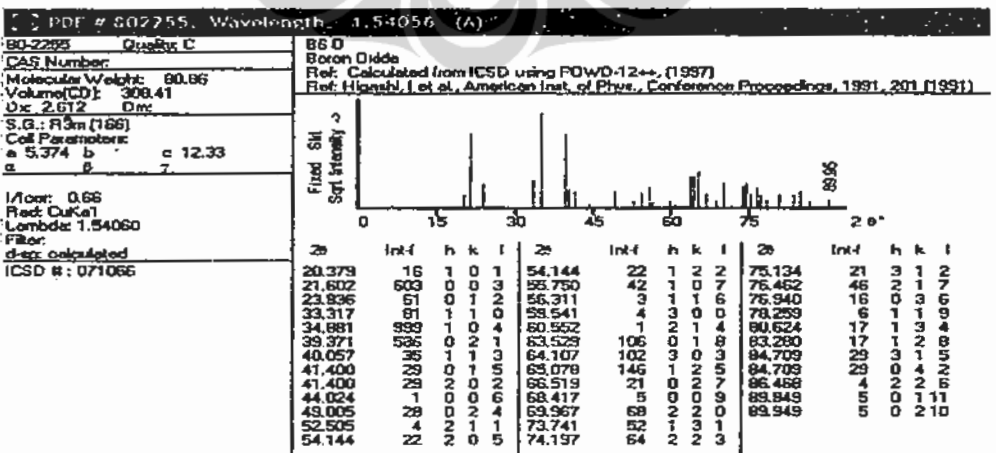
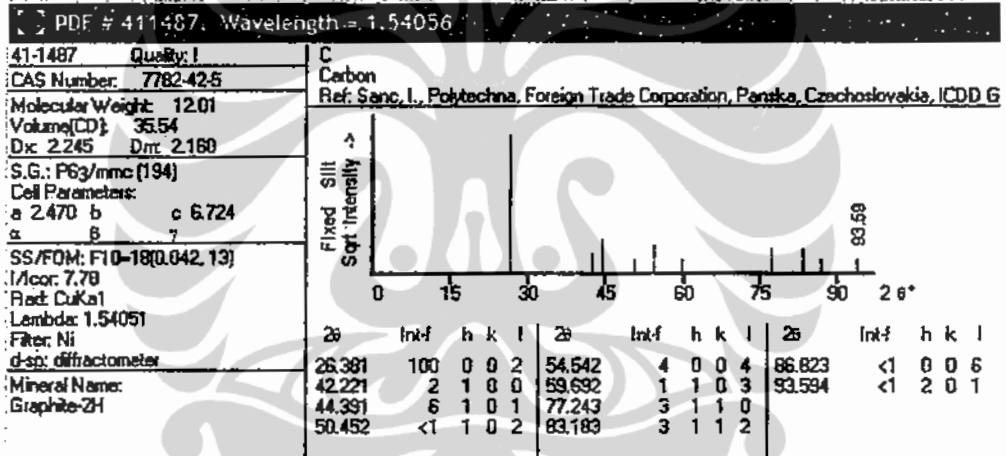
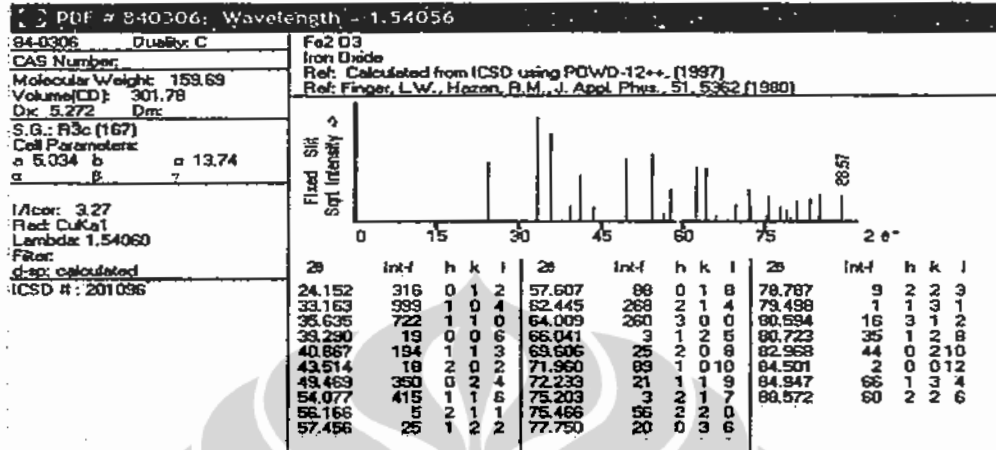


Lampiran 8. Hasil GSAS Metode-II (F2-T1300C)

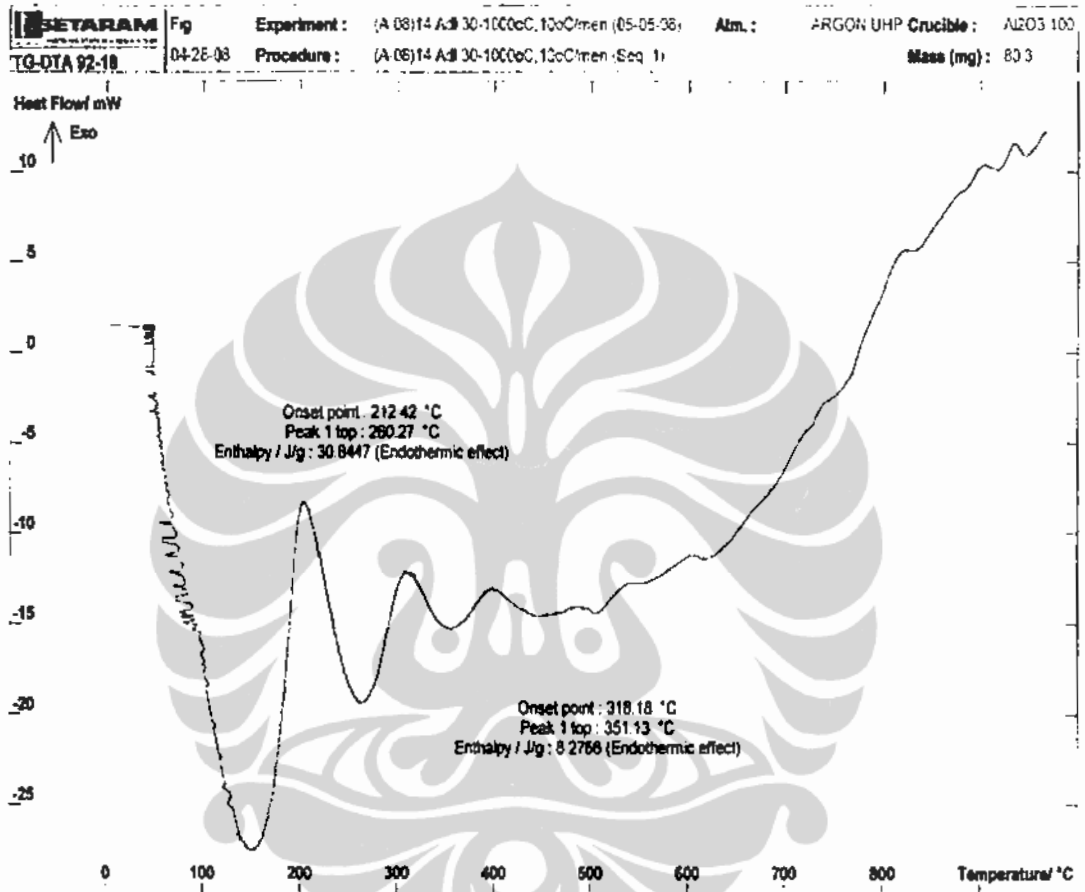


Lampiran 9. Data ICDD Fasa-Fasa Yang Diteliti

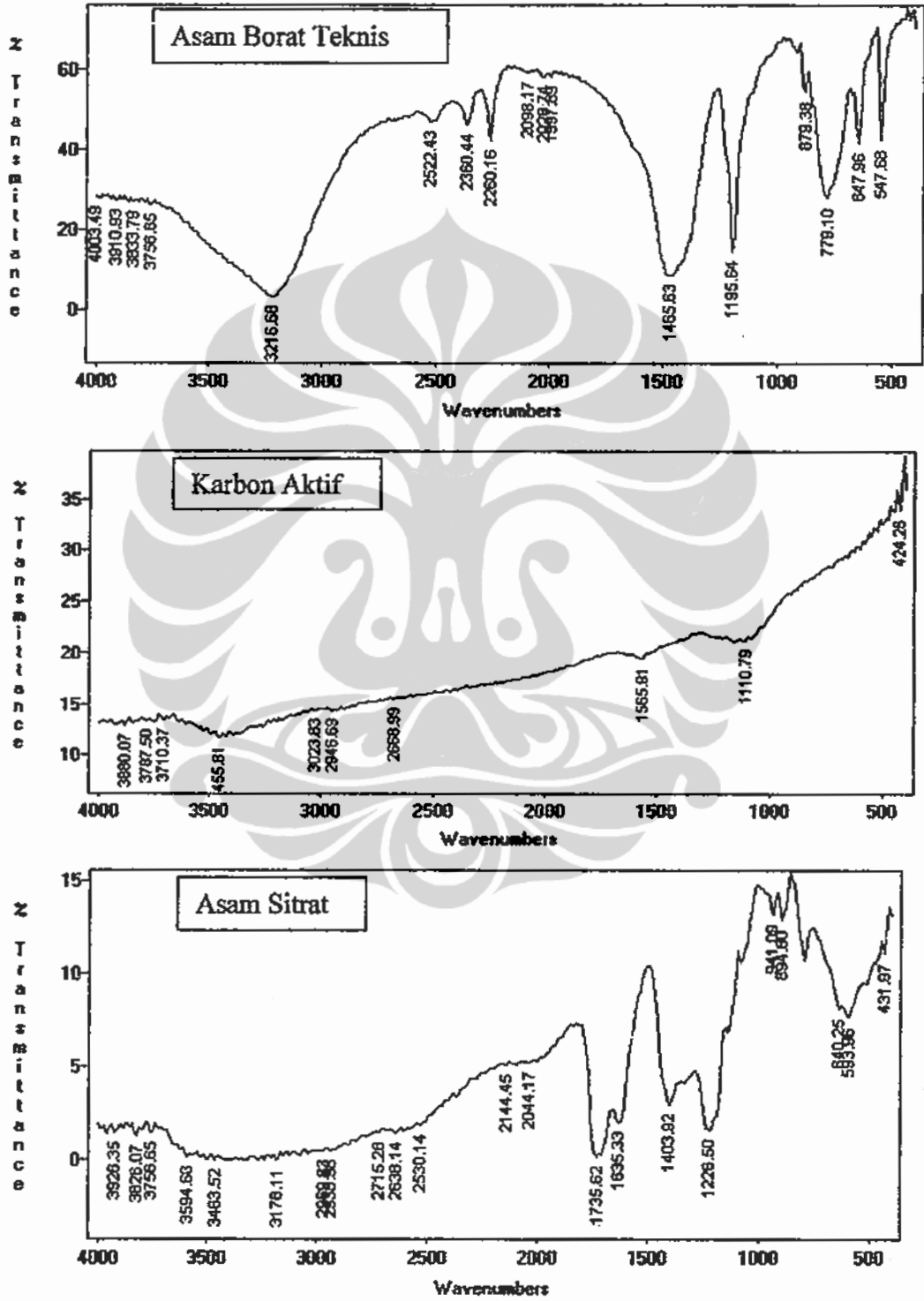




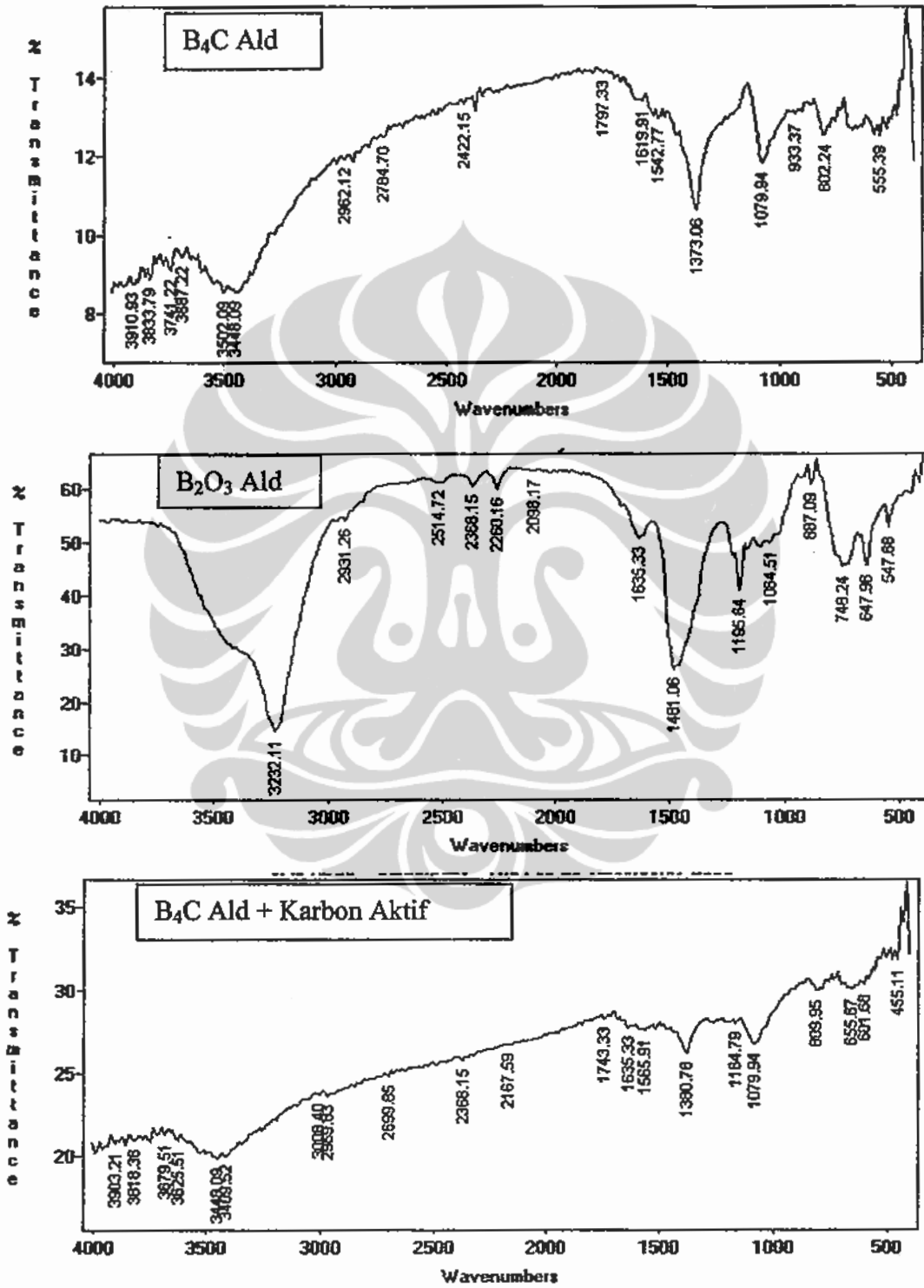
Lampiran 10. Pola DTA B₄C- Aldrich Pada Suhu 100 °C – 1000 °C



Lampiran 11. Pola FTIR Fasa-Fasa Terkait Dengan Hasil Sintesis



(Lanjutan)



(Lanjutan)

