

TESIS

SINTESA BORON KARBIDA DARI ASAM BORAT – KARBON AKTIF DAN ASAM BORAT - GLUKOSA



Oleh

MUSFIRAH CAHYA FAJRAH TOANA

630400025Y

Program Pasca Sarjana
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Program Studi Ilmu Material
Universitas Indonesia

2006

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah mencurahkan rahmat serta hidayahnya hingga penulis dapat menyelesaikan Karya Akhir ini yang merupakan sebagian dari syarat-syarat untuk mencapai gelar Magister Ilmu Material pada Program Studi Ilmu Material, Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan Karya Akhir ini penulis mencoba untuk mengkaji serta memahami Sintesa Boron Karbida dari Asam Borat-Karbon Aktif dan Asam Borat-Glukosa.

Dalam menyelesaikan pendidikan hingga penyusunan Karya Akhir ini, penulis mendapat banyak bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. DR. Azwar Manaf, selaku Ketua Program Studi Ilmu Material Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
2. DR Bambang Soegijono, selaku dosen pembimbing Karya Akhir
3. Seluruh Dosen Program Studi Ilmu Material Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
4. Seluruh staf dan karyawan Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
5. Universitas Tadulako Palu atas Kesempatan yang diberikan untuk melanjutkan pendidikan di Universitas Indonesia.

6. Suami Catur Fachyuriawan, My Twins Kamila Tazriyan F dan Khalila Aliyah F atas segala pengertian dan bantuan yang telah diberikan.
7. Papa dan Mama serta keluarga Di palu untuk nasihat-nasihatnya.
8. Team 2004 : Bu Elda, Mba Yun, pak Gunung, Yulis, Titis, Tri, Sri, Tia, pak Erwan, Nopri, Novi, Hendri, Arju, Arya, pa Agung, pak Dul, pak Agus, Indra, Huby, Kunar, Dhena, Tedy, Angga, Rukman atas kebersamaanya selama ini.
9. Teman-teman di Material Mba Musni, bu Endah bu Siti, Pintar, Surya Atas kebersamaanya di LABKOM.

Penulis menyadari bahwa Karya Akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan adanya kritik dan saran yang membangun. Namun penulis berharap semoga Karya Akhir ini dapat bermanfaat dan memberikan sedikit sumbangan pada bidang IPTEK di Indonesia, Khususnya dalam bidang Ilmu Material

Jakarta, April 2006

Musfirah Cahya Fajrah Toana

630400025Y

ABSTRAK

Dalam tesis ini dilakukan sintesa Boron Karbida dengan menggunakan metode reaksi antara Asam Borat (H_3BO_3)-Karbon(C) dan Asam Borat (H_3BO_3) - Glukosa ($C_6O_6H_{12}$). Kedua bahan dicampur dengan berbagai variasi komposisi, yaitu (H_3BO_3) 247,2 gram: Karbon 84 gram, H_3BO_3 247,2 gram: karbon 168 gram, H_3BO_3 247,2 gram: karbon 252 gram dan H_3BO_3 37,1 gram: Glukosa 108,2 gram, H_3BO_3 37,1 gram: Glukosa 216,2 gram, H_3BO_3 37,1 gram: Glukosa 324,3 gram.

Proses reaksi diawali dengan penimbangan, kemudian dilakukan proses pencampuran di atas kompor pemanas selama 10 jam. Setelah terjadi pengaranghan bahan dioven pada suhu $100^\circ C$ selama 24 jam. Bahan yang telah terbentuk dari hasil reaksi dilakukan pembakaran pada temperatur $400^\circ C$, $800^\circ C$, $1000^\circ C$ masing-masing selama 3 jam. Bahan yang tidak dan yang telah dibakar akan dilakukan karakterisasi dengan XRD dan paket program GSAS.

Hasil analisa fasa memperlihatkan bahwa telah terbentuk Boron Karbida jenis $B_{25}C$ pada komposisi varisasi campuran Asam Borat 247,2 gram: Karbon Aktif 84 gram dan Asam Borat 247,2 gram: 168 gram baik pada kondisi sebelum pembakaran ($100^\circ C$) dan sesudah pembakaran ($400^\circ C$). Pada komposisi variasi campuran Asam Borat 37,1 gram: glukosa 108,23 gram dan Asam Borat 37,1 gram: Glukosa 216,2 gram sebelum pembakaran ($100^\circ C$) dan sesudah pembakaran ($400^\circ C$ dan $1000^\circ C$) terbentuk boron karbida jenis B_8C_{18} dan B_2O_3 dan pada kondisi pembakaran $800^\circ C$ hanya terbentuk B_8C_{18} .

Kata Kunci : Asam Borat, Boron Karbida.

ABSTRACT

In this research, the synthesis of Boron Carbide is conducted using reaction method between mixture of Boric Acid (H_3BO_3) & Carbon (C) powder and mixture of Boric Acid (H_3BO_3) & Glucose ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$) powder. Both mixtures are mixed with various compositions, as follows: H_3BO_3 247,2 gram : Carbon 84 gram, H_3BO_3 247,2 gram : Carbon 168 gram, H_3BO_3 247,2 gram : Carbon 252 gram and H_3BO_3 37,1 gram : Glucose 108,2 gram, H_3BO_3 37,1 gram:Glucose 216,2 gram, H_3BO_3 37,1 gram : Glucose 324,3 gram.

Polymerization reaction process is preceded with weighing and followed by mixing process while heating on a burner for 10 hrs. After heating in a furnace at 100°C for 24 hrs, resulted material from the reaction process are heated at 400°C , 800°C , 1000°C for 3 hrs at each temperature. Finally, the raw material and final material will be characterized using XRD and GSAS software.

The result of fase analysis shows the formation of B_{25}C type Boron Carbide at mixture composition of Boric Acid 247,2 gram : Carbon 84 gram and Boric Acid 247,2 gram:168 gram before high temperature heating (100°C) and after high temperature heating (400°C). While at mixture composition of Boric Acid 37,1 gram : Glucose 108,23 gram and Boric Acid 37,1 gram : Glucose 216,2 gram before high temperature heating (100°C) and after high temperature heating (400°C and 1000°C) forms B_8C_{18} and B_2O_3 types Boron Acid, whereas at heating at 800°C forms B_8C_{18} type Boron Carbide.

Key Word : Boric Acid, Boron Carbide.

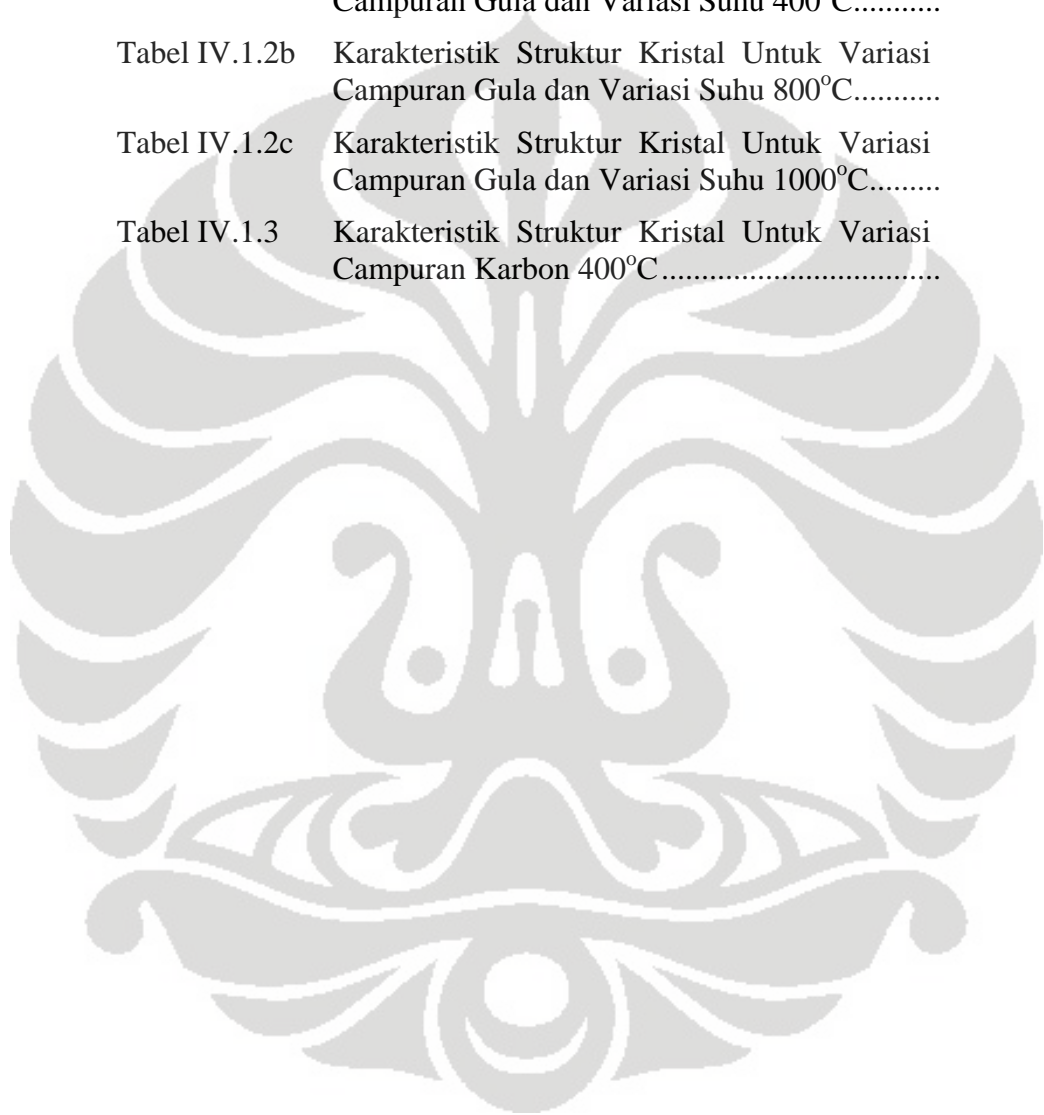
DAFTAR ISI

Abstrak	
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	vi
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang Masalah	1
I.2 Tujuan Penelitian	2
I.3 Batasan Masalah	3
I.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
II.1 Boron Karbida berbagai penggunaan dan keunggulan sifat-sifatnya.....	4
II.2 Sifat-Sifat Boron Oksida	6
II.3 Sifat-Sifat Asam Borat.....	7
II.4 Sifat-Sifat Karbon	8
II.5 Ciri Dan Sifat Glukosa.....	10
II.6 Proses Sintesa Boron Karbida.....	11
Sintesa Boron Karbida Melalui PVA.....	12
Sintesa Boron Karbida Metode Reduksi karbotermik	13
Sintesa Boron Karbida Dengan BBr ₃ dan CCl ₄	14
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	16
III.1 Diagram Alir Penelitian	16
III.2 Karakterisasi bahan dan alat	17
III.3 Proses Persiapan Sampel.....	17
III.3.1 Proses Pembentukan	17
III.3.2 Proses pencampuran.....	19

III.3.2.1	Pencampuran Asam Borat Dan Karbon Aktif	19
III.3.2.2	Pencampuran Asam Borat Dan Glukosa	19
III.4	Proses Pengeringan	19
III.5	Proses Pembakaran	19
III.6	Karakterisasi	20
III.6.1	Analisa Fasa Dengan XRD Dan GSAS	20
III.6.2	Analisa Dengan Fourier Transformation Infra Red	20
III.6.2.1	Persiapan Sampel Metode Pellet KBr.....	20
III.6.2.2	Persiapan Alat FTIR	21
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	22
IV.1	Hasil Eksperimen	22
IV.1.1	Analisa Fasa Dan Struktur Kristal	22
IV.1.2	Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Bahan Murni.....	22
IV.1.3	Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Asam Borat- Glukosa.....	25
IV.1.4	Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Asam Borat-Karbon Aktif.....	29
IV.1.5	Pola Ikatan Molekul Dengan Fourier Transformation Infra Red	31
IV.1.6	Disosiasi Temperatur Dengan Differensial Thermal Analysis	33
IV.2	Pembahasan.....	34
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	36
V.1	Kesimpulan	36
V.2	Saran	37
	DAFTAR ACUAN	vii
	LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel II.1.	Sifat-sifat Boron karbida.....	5
Tabel II.2.	Sifat Fisik Boron Oksida.....	7
Tabel II.3.	Sifat-sifat Asam Borat.....	8
Tabel II.4.	Sifat-sifat Fisik Karbon.....	9
Tabel IV.1.2a	Karakteristik Struktur Kristal Untuk Variasi Campuran Gula dan Variasi Suhu 400°C.....	27
Tabel IV.1.2b	Karakteristik Struktur Kristal Untuk Variasi Campuran Gula dan Variasi Suhu 800°C.....	28
Tabel IV.1.2c	Karakteristik Struktur Kristal Untuk Variasi Campuran Gula dan Variasi Suhu 1000°C.....	28
Tabel IV.1.3	Karakteristik Struktur Kristal Untuk Variasi Campuran Karbon 400°C.....	31



DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1.	Struktur Atom B ₄ C.....	6
Gambar II.5.	Proyeksi Struktur Glukosa (α -D-Glukopiranososa).....	10
Gambar. II.6.1	Pengamatan Dengan Fourier Transformasi Infra Red Untuk Bubuk Pada Temperatur 400°C – 800°C.....	13
Gambar. II.6.2	Pola Difraksi Sampel B ₄ C.....	15
Gambar. II.6.3	Hasil TEM B ₄ C.....	15
Gambar. III.1	Diagram Alir Penelitian	16
Gambar. IV.1.1a	Pola Difraksi H ₃ BO ₃ Murni	23
Gambar. IV.1.1b	Pola Difraksi Glukosa Murni	23
Gambar. IV.1.1c	Pola Difraksi Karbon Murni	24
Gambar. IV.1.2a	Pola Difraksi H ₃ BO ₃ : Glukosa Non Sinter	26
Gambar. IV.1.2b	Pola Difraksi Gula 1 x 400.....	26
Gambar. IV.1.2c	Pola Difraksi Gula 1 x 800.....	26
Gambar. IV.1.2d	Pola Difraksi Gula 1 x 1000.....	27
Gambar. IV.1.3a	Pola Difraksi H ₃ BO ₃ : Karbon Non Sinter.....	30
Gambar. IV.1.3b	Pola Difraksi Karbon 1 x 400	30
Gambar. IV.2a	Pola FTIR untuk H ₃ BO ₃ – Glukosa 400°C	32
Gambar. IV.2b	Pola FTIR untuk H ₃ BO ₃ – Karbon Aktif 400°C.....	32
Gambar. IV.3a	Grafik Hasil DTA untuk Borat	33
Gambar. IV.3b	Grafik Hasil DTA untuk Karbon	34

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Boron karbida merupakan salah satu dari material terkeras yang pernah diketahui, menduduki peringkat ketiga dibawah intan dan cubic boron nitride. Material ini adalah material terkeras yang dapat diproduksi dengan jumlah besar. Ditemukan pada pertengahan abad ke-19 sebagai hasil produksi dari logam borid, dan dipelajari secara detail pada tahun 1930.

Secara kimia boron karbida dinyatakan sebagai B_4C , namun pada kenyataannya menunjukkan rentang komposisi yang lebar dari B_4C sampai $B_{13,65}C_{2,85}$ seperti $B_{10}C$, B_8C , $B_{13}C$ dan B_4C . Fasa yang tertentu dari variasi komposisi mungkin berada dalam bahan campuran^[1]. Boron karbida umumnya dihasilkan dengan mereaksikan karbon (C) dengan B_2O_3 di dalam arc furnace listrik, melalui proses pengurangan Karbotermal atau dengan reaksi fasa gas^[2]. Untuk kepentingan komersial bubuk B_4C biasanya diperlukan untuk menghilangkan impuritas metalik.

Pada umumnya seperti halnya material non oksida, boron karbida sulit untuk disinter, diperlukan hot pressing atau sinter HIP. Walaupun menggunakan teknik ini untuk meningkatkan sintering pada suhu yang realistis ($1900^{\circ}C - 2000^{\circ}C$)^[3] biasanya diperlukan sejumlah kecil bahan tambahan seperti carbon halus atau silikon karbida.

Pembuatan boron karbida baik proses dan teknik pembuatannya pada industri modern dilakukan dengan cara klasik yaitu melalui proses pengurangan carbhotermal dan oksida borat pada temperatur tinggi^[4], hal ini sangat sulit dilakukan.

Boron karbida dapat disintesa dari logam boron dan karbon secara langsung. Biaya yang cukup tinggi dari bahan – bahannya, menjadikan metode ini tidak menarik secara ekonomis. Secara tradisional boron karbida dapat disiapkan dengan variasi metode suhu tinggi, seperti reduksi termal karbon dari boron oksida pada suhu di atas 1000°C [3], reaksi langsung dari karbon dengan boron, reduksi BCl_3 dengan CH_4 pada suhu 1500°C dengan laser atau reduksi magnesiothermis boron oksida dengan karbon pada suhu $1000 - 1200^{\circ}\text{C}$ [5].

Sintesa boron karbida dengan menggunakan teknik awal polimer pendahulaun sebagai precursor dan penggunaan temperatur rendah akhir – akhir ini berkembang dengan pesat [5] [6] yaitu dengan mesintesa boron karbida dari campuran CCl_4 dan BBr_3 dengan katalis logam natrium pada suhu 450°C ; sedangkan cara lainnya dengan menggunakan pirolisa campuran antara asam borat dengan polivinyl alkohol pada suhu 400°C dan 800°C [6].

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesa boron karbida melalui bahan awal asam borat dan senyawa glukosa serta asam boirat dengan karbon aktif. Dalam penelitian ini akan dicari bahan yang murah, mudah didapat dan dapat menghasilkan boron karbida yang mempunyai struktur atau sifat menuju ke B_4C .

1.2 Tujuan Penelitian

Judul penelitian ini adalah : “ **SINTESA BORON KARBIDA DARI ASAM BORAT (H_3BO_3) - KARBON AKTIF DAN ASAM BORAT – GLUKOSA**”

Dan sebagai tujuan penelitian adalah :

1. Untuk mengetahui komposisi bahan awal yang optimal dari reaksi asam borat – karbon aktif dan asam borat – glukosa.

2. Untuk mengetahui suhu sintering yang optimal dari asam borat – karbon aktif dan asam borat – glukosa.
3. Untuk mengetahui jenis dan struktur kristal boron karbida yang terbentuk hasil reaksi asam borat – karbon aktif dan asam borat - glukosa melalui XRD dengan bantuan software EXPGUI – GSAS

1.3 Batasan Masalah

Penelitian yang dilakukan hanya dibatasi pada masalah bagaimana sintesa boron karbida dari bahan asam borat-karbon aktif dan asam borat-glukosa dengan cara memvariasi komposisi dan variasi temperatur sintering terhadap pembentukan boron karbida dan strukruktur kristal.

1.4 Manfaat Penelitian

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

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

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

Boron karbida (B_4C) adalah suatu material yang sangat keras yang sangat menarik untuk diteliti baik struktur maupun aplikasinya. Boron karbida juga dikenal sebagai material non metalik dengan titik lebur yang tinggi ($2450^\circ C$)^[4] dan memiliki sifat mekanik yang sangat tinggi. Selain keunggulan-keunggulan di atas boron karbida memiliki sifat – sifat yang sangat unggul diantaranya, berat jenis yang rendah, modulus yang tinggi, stabilitas kimia yang tinggi, tahan pada temperatur yang sangat tinggi dan memiliki sifat termo-elastis yang sangat sempurna. Dalam kaitan dengan sifat yang menarik ini, boron karbida secara luas digunakan dalam berbagai teknologi modern diantaranya adalah :

- Boron karbida dengan sifat yang keras dapat dijadikan sebagai material yang tahan terhadap abrasive atau pengikisan, contoh water jet cutting, dressing diamond tools dan lain-lain.
- Kombinasi sifat yang keras dari boron karbida , sehingga memiliki resisten yang baik terhadap pengikisan maka biasanya digunakan sebagai nozzles dan hulu ledak pada sistim persenjataan.
- Suatu penyerap netron yang baik di dalam inti reaktor, maka dapat digunakan sebagai nuklir dan berpotensi untuk diterapkan pada penerbangan luar angkasa.
- Perpaduan antara sifat yang keras, modulus young yang tinggi dan densitas yang rendah maka biasanya boron karbida banyak digunakan pada pertahanan negara misalnya sebagai baju anti peluru, kendaraan perang dan alat – alat militer lainnya.

- Boron karbida dengan sifat temperatur yang tinggi, sehingga banyak digunakan untuk alat – alat keramik.

Berbagai macam sifat boron karbida dapat digambarkan secara jelas pada Tabel

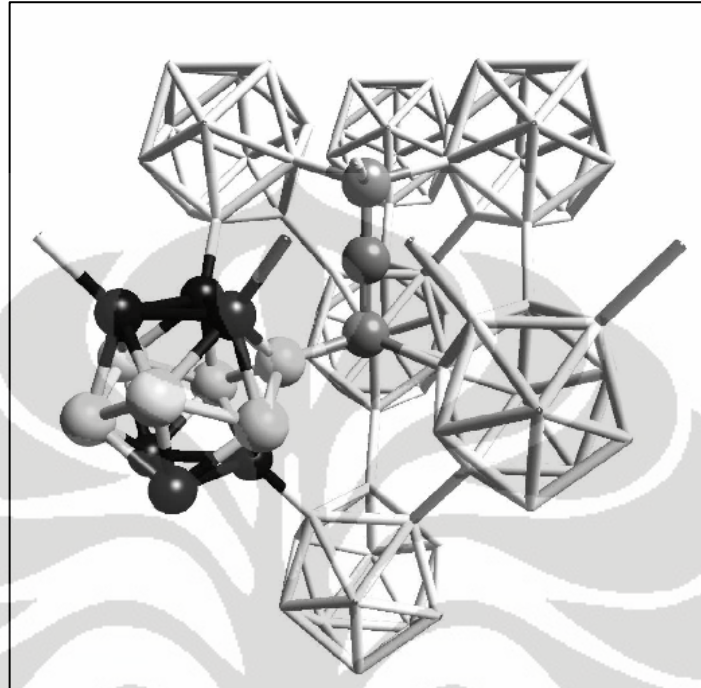
II.1.

Tabel II.1
Sifat – sifat boron karbida^[1]

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

Boron karbida memiliki struktur rhombohedral dengan 12- icosahedral atom yang dihubungkan dengan ikatan kovalen langsung dan melalui tiga rantai atom intericosahedral sepanjang diagonal utama dari rhombohedron. Boron karbida menunjukkan range homogenitas yang luas dari $\text{B}_{12,15}\text{C}_{2,85}$ batas kaya karbon hingga $\text{B}_{13,65}\text{C}_{1,35}$ ^[5]. Cakupan yang luas dari perbandingan B/C di dalam boron karbida adalah kaitan dengan penggantian atom boron dengan atom karbon di dalam rantai

intericisahedral dan icosahedra. Struktur boron karbida masih fasa tunggal diseluruh range ^[7].



Gambar II.1. Struktur Atom B₄C. Atom hitam disebut sisi kutub, terikat dengan icosahedra tetangganya. Bentuk atom putih dari hexagon dan terletak pada sisi equator. Atom abu-abu pada rantai, terikat dengan atom equator^[7]

II.2 Sifat – Sifat Boron Oksida

Persamaan lain dari boron oksida adalah Boric Anhydride, Anhydrous Boric Acid atau Boron Sesquioxide. Dengan formula kimianya B₂O₃. Boron oksida terdiri dari komponen boron dan oksigen, sedikit larut dalam H₂O di temperatur 100°C. Sifat fisis dari boron oksida disajikan pada Tabel II.2.

Tabel II.2
Sifat Fisik Boron Oksida ^[8]

No	Sifat	Nilai	Satuan
1	Berat Molekul	69.6208	Gr/mol
2	Densitas	2,46	g.cm ⁻³
3	Titik lebur	450	°C
4	Titik didih	41860	°C

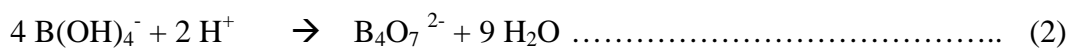
II.3 Sifat-sifat Asam Borat

Sifat asam borat adalah larut dalam air. Pada saat dipanaskan di atas suhu 170°C akan kehilangan air dan 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 suhu 300°C akan mengalami kehilangan air dan membentuk Asam Tetraborat atau Asam Pyroborat (H₄ B₄ O₇).

Asam Borat tidak dapat dipisahkan dalam air, tetapi asamnya yang akan berinteraksi dengan molekul air dengan melalui suatu reaksi kimia



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



Tabel II.3
Sifat Asam Borat^[9]

Sifat		
Struktur kristal	Orthorombic Acid	
	Boric Acid	
	Optibor	
	Borofax	
Formula	H ₃ BO ₃	
Massa molekul	61,83	Gr/mol
Warna	Padatan kristal putih	
Sifat larutan dalam air	Larut	
Densitas	1,435	gr/cm ³
Fasa	Padat	
Titik leleh	169	°C
P(ka)	9,24	
Fasa	Padat, cair, gas	

II.4 Sifat-Sifat Karbon

Karbon merupakan unsur kimia dalam susunan berkala yang mempunyai simbol C dan nomor atomik 6. Unsur bukan logam, tetravalent yang banyak, karbon mempunyai beberapa bentuk allotropik dengan struktur kristal heksagonal^[10] sifat-sifat dari karbon dapat dijelaskan pada tabel II.4.

Tabel II.4
Sifat-sifat Fisik karbon^[10]

Sifat	Nilai	Satuan
Massa Atom	12.0107(8)	Gr/mol
Konfigurasi electron	$1s^2 2s^2 2p^2$	
Elektron per shell	2, 4	
Fasa	Padat	
Densitas(dekat r.t) (grapite)	2.267	gr/cm ³
Densitas(dekat r.t) (intan)	3,513	gr/cm ³
Titik leleh Triple point	Ca. 10	Mpa
	4300 - 4700	°K
	4027 - 4427	°C
	7280 - 8000	°F
Titik didih subl ca	4000	K
	3727	°C
	6740	°F
Panas fusi (graphite)	100	.kJ/mol
Panas fusi (intan)	120	.kJ/mol
Panas penguapan	355,8	.kJ/mol
Kapasitas Panas (graphite) @ 25°C	8,517	.kJ/mol
Kapasitas Panas (intan) @ 25°C	6,115	J/mol

Disebabkan oleh sifat dan ciri-ciri karbon, maka diketahui membentuk hampir sepuluh juta ikatan kimia ^[14]. Karbon membentuk asas disemua kehidupan, contoh-contoh karbon adalah:

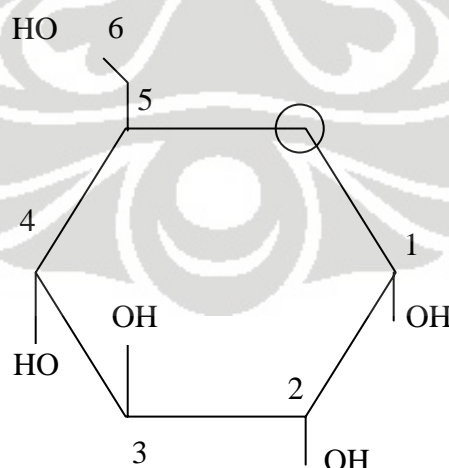
- Berlian, struktur setiap atom terikat bentuk tetrahedral pada empat yang lain, membentuk jaringan 3 dimensi atom dan enam cincin persegi.

- Grafit, struktur setiap atom terikat pada tiga atom lain. Membentuk jaringan 2 dimensi digunakan dalam pensil.
- Karbon amorphus , struktur gabungan molekul karbon, bentuk seperti kaca.
- Tube nano karbon, struktur setiap karbon terikat tiga segitiga dalam helaian melengkung yang membentuk silinder berlubang.

Karbon terdapat dalam semua kehidupan dan merupakan kimia organik. Bahan ini 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.

II.5 Ciri Dan Sifat glukosa

Glukosa, suatu gula monosakarida dengan bentuk alami (D-glukosa disebut juga dekstroza), terutama pada industri pangan.



Gambar II.5 Proyeksi struktur glukosa (α -D-glukopironosa)^[11]

Glukosa ($C_6H_{12}O_6$, berat molekul 180,18) adalah heksosa-monosakrida yang mengandung enam atom karbon. Glukosa merupakan aldehida (mengandung gugus –CHO). Lima karbon dan satu oksigennya membentuk cincin yang disebut cincin piranosa, bentuk yang paling stabil untuk aldosa berkarbon enam. Dalam cincin ini, tiap karbon terikat pada gugus samping hidroksil dan hidrogen kecuali atom kelimanya, yang terikat pada atom karbon keenam di luar cincin, membentuk suatu gugus CH_2OH . Struktur Cincin ini berada dalam kesetimbangan dengan bentuk yang lebih reaktif, yang proporsinya 0,0026% pada pH 7.

II.6 Proses Sintesa Boron Karbida

Suatu alternatif baru dalam sintesa boron karbida dapat dilakukan melalui bahan awal polimer. Teknik yang digunakan dalam pembentukan tersebut dapat melalui teknologi bubuk pada temperature tinggi. Setiap teknik pembuatan akan menawarkan sejumlah keuntungan antara lain :

- Suatu polimer yang sesuai harus dapat dikontrol stokiometrinya secara tepat dan sistimatis untuk mengoptimalkan sifat material.
- Polimer bisa dibentuk kedalam suatu bentuk yang diinginkan atau dirubah menjadi film tipis. Sehingga dapat dirubah menjadi material dengan bentuk yang memungkinkan.
- Polimer bisa mengalami dekomposisi pada temperatur rendah yang memungkinkan terjadinya formasi material di bawah kondisi-kondisi yang lebih halus dibanding yang digunakan pada teknik konvensional.

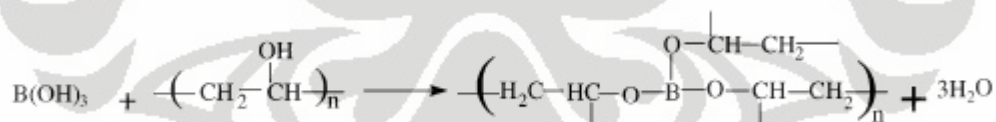
Beberapa cara baru yang selektif untuk membentuk boron karbida dan boron nitride berdasarkan pada penggunaan polimer dengan sistim yang baru, Poly[2-(Vinyl)] Pentaborane dan Poly[Bvinyborazine], sebagai prekursor ^[12], dapat dipakai sebagai

bahan awal untuk terjadinya polimerisasi Vinylpentaborane oligomers. Jenis ini dapat dikonversi ke boron karbida murni atau B₄C.

Teknik lain digunakan untuk mendapatkan sumber B dan C dengan mereaksikan asam borat (H₃BO₃) dan 2-hydroxybenzyl alkohol (HBA) dengan pemberian larutan resin B₂O₃ phenolic ^[13]. Sintesa ini biasa dilakukan dengan pemanasan di dalam ruang hampa, tujuannya untuk mendapatkan suatu serbuk pendahululuan dimana telah terbentuk boron oksida dan karbon

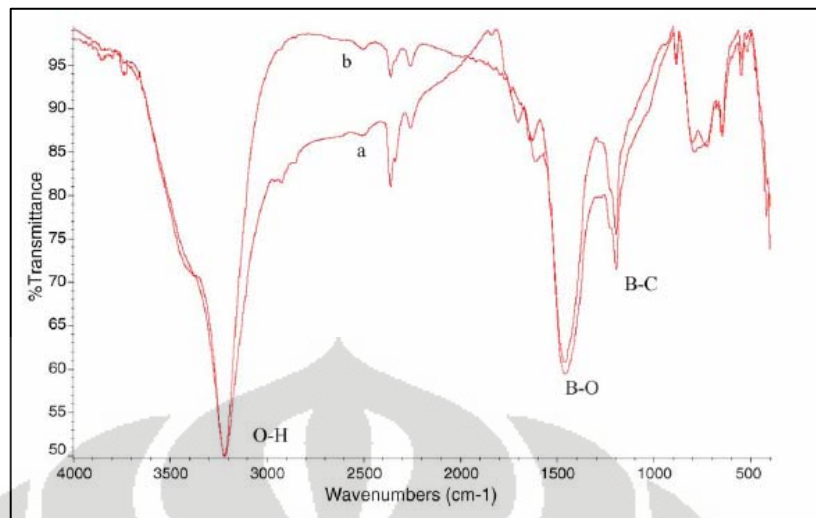
Sintesa Boron Karbida melalui PVA

Sintesa boron karbida telah dilakukan dengan menggunakan pentaboranes, borazine dan derivatifnya. Hal ini dapat menimbulkan permasalahan, dimana borazine dan boranes adalah bahan-bahan yang sangat mahal dan beracun. Sintesa boron karbida dengan bahan awal polimer, ditentukan oleh perbandingan berat campuran, serta cara bagaimana polimer tersebut bereaksi dan dapat dilakukan pada temperatur rendah ^[6].



Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transformation Infra Red* dan Difraksi Sinar-X (XRD).

Berdasarkan hasil FTIR seperti disajikan pada Gambar II.6.1 terlihat terjadi peregangan tegangan O H disekitar 3200 cm.⁻¹. Penyerapan B O disekitar 1450 cm⁻¹ dan B C meregang getaran disekitar 1190 cm⁻¹. Dapat disimpulkan bahwa B C mengikat selama dilakukan sintering.



Gambar II.6.1 Pengamatan dengan Fourier Transformation Infra Red untuk bubuk pada temperatur 400°C-800°C [6].

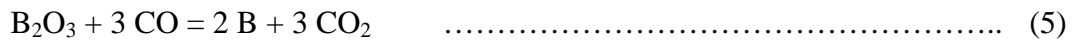
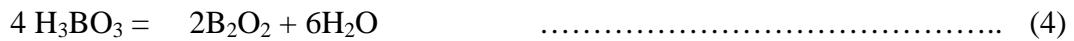
Struktur kristal dari material baru ini diamati lebih lanjut dengan menentukan nilai d spacing yang diperoleh dari XRD dan dibandingkan dengan nilai-nilai dari boron karbida yang dilaporkan JCPDS dengan nomor 26-232. Sistem kristal orthorombic dan parameter kisi $a = 35.25 \text{ \AA}$, $b = 17,55 \text{ \AA}$ dan $c = 4,86 \text{ \AA}$ hasil pengamatan dari XRD sedangkan dengan JCPDS adalah $a = 35,90 \text{ \AA}$, $b = 17,65 \text{ \AA}$ dan $c = 5,09 \text{ \AA}$.

Sintesa Boron Karbida Metode Reduksi Carbothermik

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

Proses termal karbon dan metallotermik, yang murah telah secara luas menghasilkan boron karbida. Asam borat (H_3BO_3) dan boron oksida (B_2O_3) adalah bahan dasar yang murah, yang dapat dikurangi dengan penggunaan karbon untuk

menghasilkan boron karbida. Reaksi antara Asam borat dengan carbon dapat dituliskan sbb^[14] :



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

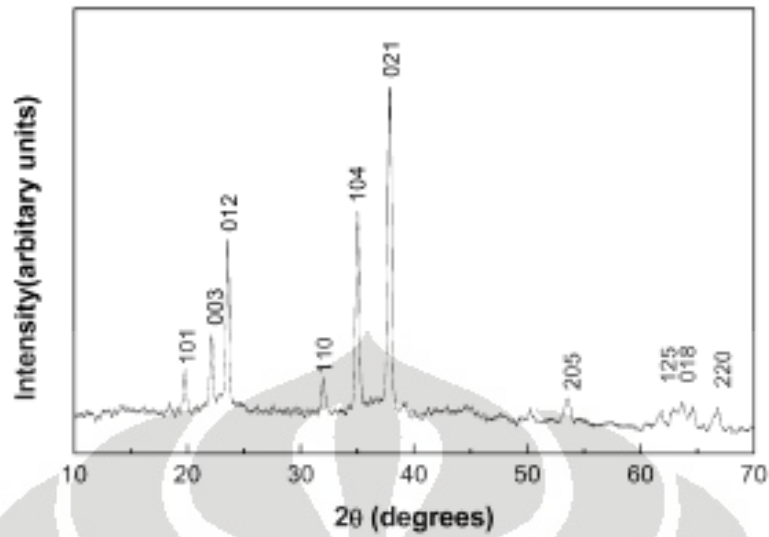
Sintesa Boron karbida dengan BBr_3 dan CCl_4

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

Boron karbida juga dapat dibuat dengan reduksi BCl_3 dengan CH_4 pada temperatur 1500°C dengan laser atau *magnesiothermic reduction*.

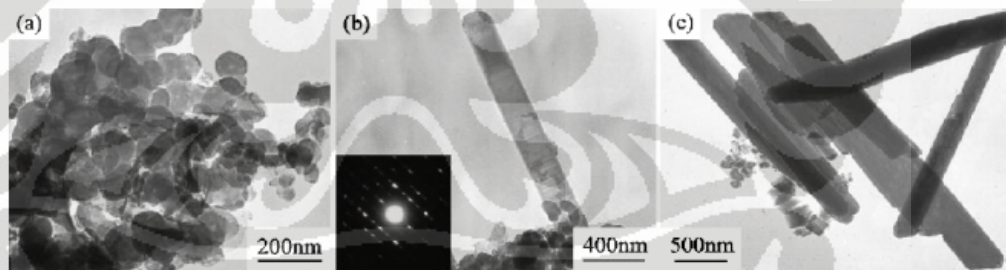
Penggunaan metode temperatur rendah untuk mendapatkan kristalin B_4C . Hal ini dijelaskan mengikuti persamaan reaksi^[5]:





Gambar II.6.2 Pola difraksi sampel B₄C^[5]

Pada pola difraksi (Gambar II.6.2), semua puncak dapat ditentukan sebagai B₄C rhombohedral. Sesudah proses refinement, didapatkan parameter kisi $a = b = 5.604 \text{ \AA}$; $c = 12,09 \text{ \AA}$ sangat mirip dengan nilai B₄C ($a = b = 5,600 \text{ \AA}$; $c = 12,08$; JCPDS card, No 350798).



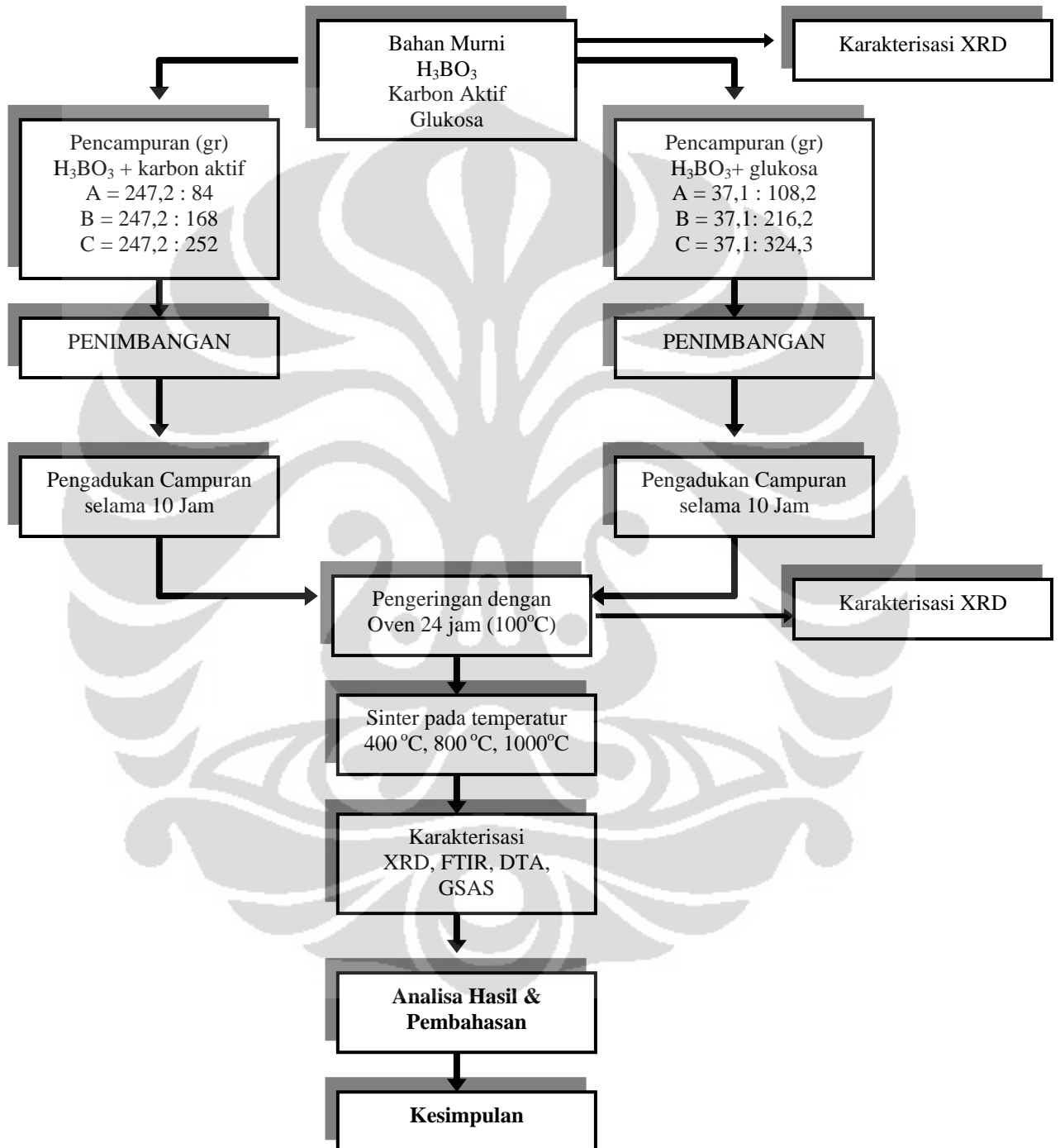
Gambar II.6.3. Hasil TEM B₄C^[5]

Gambar II.6.3 menunjukkan gambar hasil TEM dan dapat dilihat bahwa jenis kristalin B₄C terdiri dari partikel berbentuk seperti batang dan bulatan yang seragam. Diameter rata-rata partikel bulat sekitar 80 \mu m . Partikel B₄C yang berbentuk seperti batang berdiameter sekitar 200 \mu m dan panjang sekitar $2,5 \text{ \mu m}$

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar III.1. Diagram Alir Penelitian

III.2 KARAKTERISASI BAHAN DAN ALAT

Dalam penelitian ini digunakan pendekatan eksperimen dengan menggunakan bahan utama: Asam borat (H_3BO_3), Glukosa atau gula pasir ($C_6O_6H_{12}$) dan Karbon aktif (C), dan karakterisasi dengan menggunakan alat

1. Alat-alat yang digunakan pada eksperimen:

- Proses penimbangan dilakukan dengan menggunakan neraca analitis tipe Bosch Sae 200.
- Pengadukan campuran dilakukan dengan menggunakan kompor pemanas dan alat-alat gelas.
- Proses penngeringan dengan menggunakan oven pengering dengan suhu maksimum $100^{\circ}C$.
- Proses pembakaran dilakukan pada temperaturA $400oC$, $800oC$ dan $1000oc$ dengan menggunakan dapur pemanas tipe Ney Vulcan 3-550

2. Karakterisasi dengan menggunakan alat-alat:

- Analisa fasa dan struktur kristal dengan menggunakan alat XRD (X-Ray Diffractometer). Pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan diffractometer sinar-X (PHILLIPS PW 3710/40kv).
- Pola ikatan molekul yang terbentuk dikarakterisasi dengan menggunakan Fourier Transformation Infra Red tipe Ati Mattson 1001 Fourier Drive Madison, Wi 537171 USA.
- Untuk mengetahui titik lebur dari sampel murni dilakukan pengujian dengan menggunakan Differensial Thermal Analyzer tipe 50 Shimadzu.

III.3 PROSES PERSIAPAN SAMPEL

III.3.1 Proses Pembentukan

Proses pembentukan terdiri dari proses penimbangan dan pencampuran yang dilakukan diatas kompor pemanas sambil diaduk dan sampai terjadi pengarangn atau menjadi arang. Penelitian ini menggunakan variasi komposisi yaitu:

- H_3BO_3 + Karbon aktif dengan perbandingan dalam Mol yaitu : 7 : 4 Mol
- H_3BO_3 + Glukosa dengan perbandingan dalam Mol yaitu : 0,6 : 0.2 Mol
- Kemudian untuk variasi selanjutnya baik H_3BO_3 + Karbon aktif dan H_3BO_3 + Glukosa masing-masing beratnya dilipat duakan dan dilipat tigakan.

Untuk mengetahui berat masing-masing sampel maka mol dikonversi ke dalam berat (gram). Cara melakukan konversi dari mol ke gram masing-masing sampel ditentukan berat molekulnya

- H_3BO_3 berat molekul = 61,811 gram/mol
- Glukosa berat molekul = 180,18 gram/mol
- Karbon aktif berat molekul = 12 gram/mol

Kemudian komposisi dibuat berdasarkan Mol dan berat molekul yang diketahui adalah : $\text{gram} = \text{Mol} \times \text{Berat Molekul}$

- Untuk komposisi awal H_3BO_3 + Karbon aktif 7 : 4 Mol

$$\text{Gram} = \text{berat molekul} \times \text{Mol} = 61,811 \times 4 = 247,2 \text{ gram}$$

$$\text{Gram} = \text{berat molekul} \times \text{Mol} = 12 \times 7 = 84 \text{ gram}$$

Jadi perbandingan dalam gram adalah : H_3BO_3 : C = 247,2 : 84 gram

- Koomposisi berat karbon duakalilipat (karbon 2X dan H_3BO_3 tetap)

$$H_3BO_3: C = 247,2 : 168 \text{ gram}$$

- Komposisi berat karbon tiga kalilipatnya (karbon 3X dan H₃BO₃ tetap)

$$\text{H}_3\text{BO}_3:\text{C} = 247,2 : 252 \text{ gram}$$

- H₃BO₃ : C₆O₆H₁₂ = Untuk komposisi awal H₃BO₃ + C₆O₆H₁₂ = 0,6 : 0,2 Mol

$$\text{Gram} = \text{berat molekul} \times \text{Mol} = 61,811 \times 0,6 = 37,1 \text{ gram}$$

$$\text{Gram} = \text{beratnmolekul} \times \text{Mol} = 180,18 \times 0,2 = 108,2$$

Jadi perbandingan dalam gram adalah : H₃BO₃ : C₆O₆H₁₂ = 37,1 : 108,2 gram

- Komposisi berat glukosa dua kali lipat (glukosa 2X dan H₃BO₃ tetap)

$$\text{H}_3\text{BO}_3 : \text{C}_6\text{O}_6\text{H}_{12} = 37,1 : 216,2 \text{ gram}$$

- Komposisi berat glukosa tiga kalilipatnya (glukosa 3X dan H₃BO₃ tetap)

$$\text{H}_3\text{BO}_3 : \text{C}_6\text{O}_6\text{H}_{12} = 37,1 : 324,3 \text{ gram}$$

III.3.2 Proses Pencampuran

III.3.2.1 Pencampuran Asam Borat dan Karbon Aktif

Pencampuran dilakukan diatas kompor pemanas dengan tahapan sebagai berikut :

- Asam borat dan karbon dicampurkan didalam beaker glass dan diaduk
- Dipanaskan dan ditambah air secukupnya.
- Bahan campuran dikeringkan dan kemudian di panaskan.
- Hal ini dilakukan untuk masing-masing variasi komposisi.

III.3.2.2 Pencampuran Asam Borat dan Glukosa

Pencampuran dilakukan di atas kompor pemanas dengan suhu 100°C dengan tahapan sebagai berikut:

- Asam borat dan gula dicampurkan didalam beaker glass dan diaduk
- Dipanaskan dan ditambah air secukupnya.

- Bahan campuran dikeringkan dan kemudian di panaskan.
- Hal ini dilakukan untuk masing-masing variasi komposisi.

III.4 PROSES PENGERINGAN

Proses pengeringan dilakukan di dalam oven pengering dengan suhu maksimum 100°C selama 24 jam.

III.5 PROSES PEMBAKARAN

Selanjutnya sampel-sampel dibakar dalam dapur pada tiga temperatur sinter yang berbeda yaitu 400°C, 800°C dan 1000°C masing-masing selama 3 jam untuk setiap komposisi.

III.6 KARAKTERISASI

III.6.1 Analisa fasa dengan XRD dan GSAS

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

- Sumber : CuK α
- Panjang gelombang 1,5722Å
- Tegangan : 40 kV
- Arus : 30 mA
- Kecepatan cacah : 0,5/detik
- Jenis cacah : cacah kontiniu
- Sudut 2θ : 15° – 90°

Hasil difraktogram kemudian dianalisa dengan menggunakan paket program GSAS (General Structure Analysis System), untuk menentukan struktur kristal dari

fasa-fasa yang mungkin terbentuk dalam sampel. Perangkat lunak GSAS ini dikembangkan oleh Allen C. Larson dan Robert B. Von Dreele dari Los Alamos National Laboratory, USA dan diinstal dalam sebuah PC Pentium 166 dengan RAM 64 MB.

III.6.2. Analisa Dengan Fourier Transformation Infra Red (FTIR)

III.6.2.1 Persiapan Sampel Metode Pellet KBr

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

III.6.2.2 Persiapan Alat FTIR

- Memasang komputer, FTIR, masing-masing pada sumber listrik 220 Volt.
- Menghidupkan komputer sampai muncul program windows, kemudian hidupkan FTIR biarkan \pm 15 menit untuk memanaskan alat.
- Meletakkan sampel pada tempat sampel, maka sampel siap di scan (F1), jika komputer menanyakan nama file maka ketik file namanya dan tekan enter maka grafik akan muncul secara otomatis

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1. HASIL EKSPERIMEN

IV.1.1. Analisa Fasa Dan Struktur Kristal

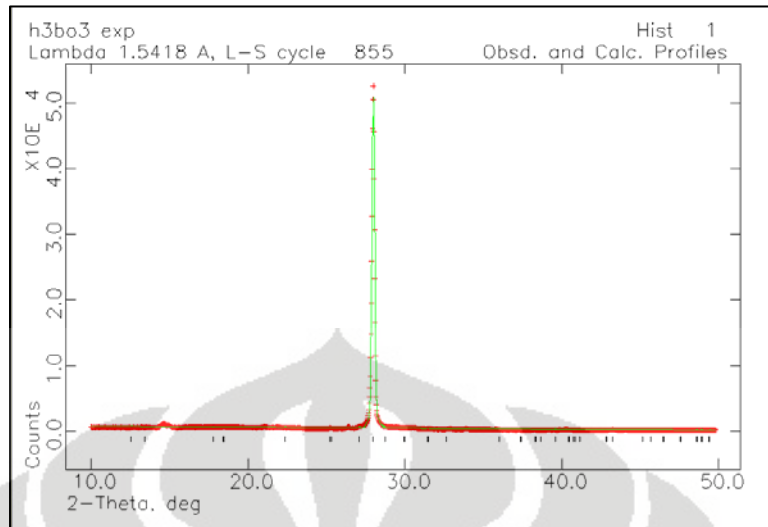
Setiap sampel dilakukan pengukuran dengan XRD, kemudian dilakukan analisa dengan program GSAS, untuk menentukan struktur kristal dari fasa-fasa yang terbentuk. Fasa-fasa tersebut memberikan beberapa informasi mengenai struktur kristal, grup ruang (space group), parameter kisi, bidang kristal, posisi atom dan fraksi berat.

Pengolahan Hasil dengan program GSAS dilakukan dengan metode pencocokan dengan file pada ICDD (PCPDWIN). Identifikasi fasa dengan metode ini dilakukan berdasarkan data jarak antar bidang (d) dan nilai yang diperoleh dari XRD.

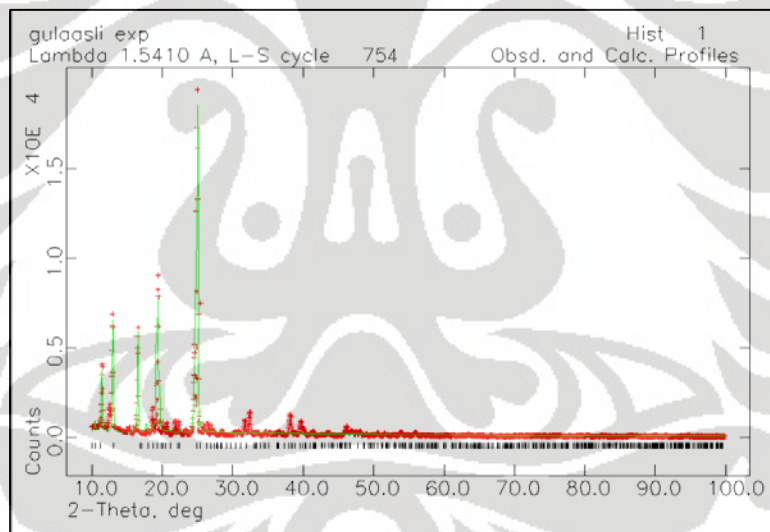
Hasil fasa-fasa yang terbentuk pada sintesa Asam Borat-Glukosa dan Asam Borat-Karbon (C) dengan berbagai kondisi sinter dan variasi komposisi adalah B_8C_{18} , B_2O_3 dan $B_{25}C$.

IV.1.2. Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Bahan Murni

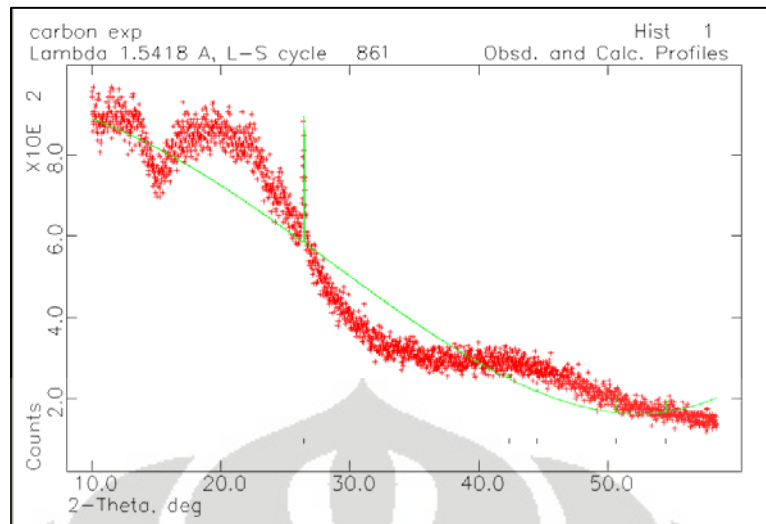
Pada gambar IV.1.1 a,b, dan c dapat dilihat pola difraksi dari H_3BO_3 murni, karbon (C) murni dan glukosa ($C_6O_6H_{12}$) murni. Dari grafik pola difraksi yang ada menunjukkan bahwa H_3BO_3 murni mempunyai sistim kristal orthorombik, dengan grup ruang P-1, puncak-puncak difraksi dengan bidang orientasi (0 1 0), (0 1 1), (0 0 2), (1 1 2), parameter kisi $a = 7,039$; $b = 7,053$ dan $c = 6,578$.



Gambar IV.1.1.a. Pola Difraksi H_3BO_3 murni hasil GSAS kurva tanda (+) menyatakan data pengamatan, kurva garis penuh merupakan hasil perhitungan dengan panjang gelombang (λ) adalah 1,54060 Å (sumber Cu)



Gambar IV.1.1.b. Pola Difraksi Glukosa murni hasil GSAS kurva tanda (+) menyatakan data pengamatan, kurva garis penuh merupakan hasil perhitungan dengan panjang gelombang (λ) adalah 1,54060 Å (sumber Cu)



Gambar IV.1.1.b. Pola Difraksi Karbon murni hasil GSAS kurva tanda (+) menyatakan data pengamatan, kurva garis penuh merupakan hasil perhitungan dengan panjang gelombang (λ) adalah 1,54060 Å (sumber Cu)

Karbon murni mempunyai sistim kristal hexagonal, dengan grup ruang $P 6_3/m m c$, puncak-puncak difraksi dengan bidang orientasi hkl (2 1 0), (1 0 4), (1 2 1), parameter kisi $a = b = 2,464$; $c = 6,73$. Glukosa ($C_6O_6H_{12}$) berdasarkan data ICDD memiliki sistim kristal orthorombik, grup ruang $I 2 2 2$, puncak-puncak difraksi dengan bidang orientasi hkl (4 0 0), (0 2 0), (2 1 2), parameter kisi $a = 9,01$; $b = 16,73$; $c = 10,40$. Tabel IV.1.1 menunjukkan parameter struktur kristal dari bahan-bahan murni.

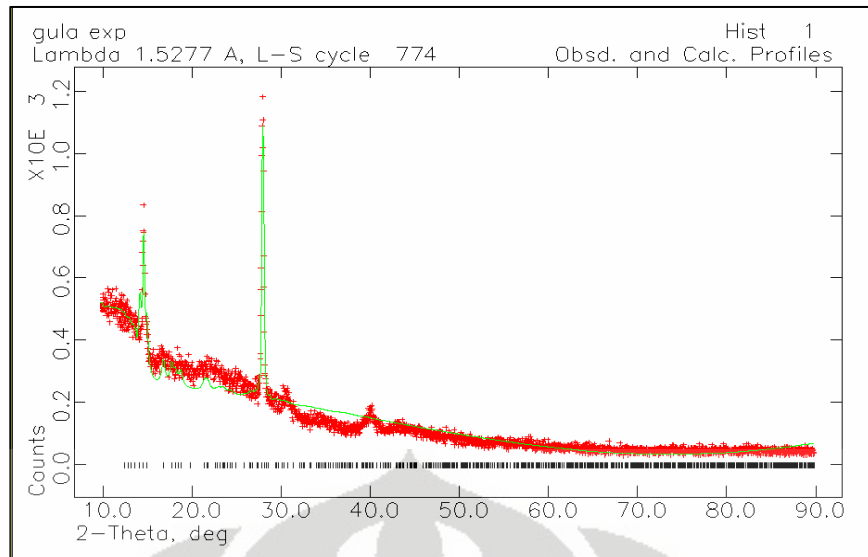
Tabel IV.1.1
Parameter struktur kristal H_3BO_3 , Karbon dan Glukosa murni

Bahan	Fasa	Grup ruang	Parameter kisi	Sistim Kristal
Asam Borat	H_3BO_3	P -1	a : 7,039 b : 7,053 c : 6,578	orthorombik
Karbon	C	$P 6_3/m m c$	a : 2,464 b : 2,464 c : 6,736	Hexagonal
Glukosa	$C_6O_6H_{12}$	I 222	a : 9,01 b : 16,73 c : 10,406	Orthorombik

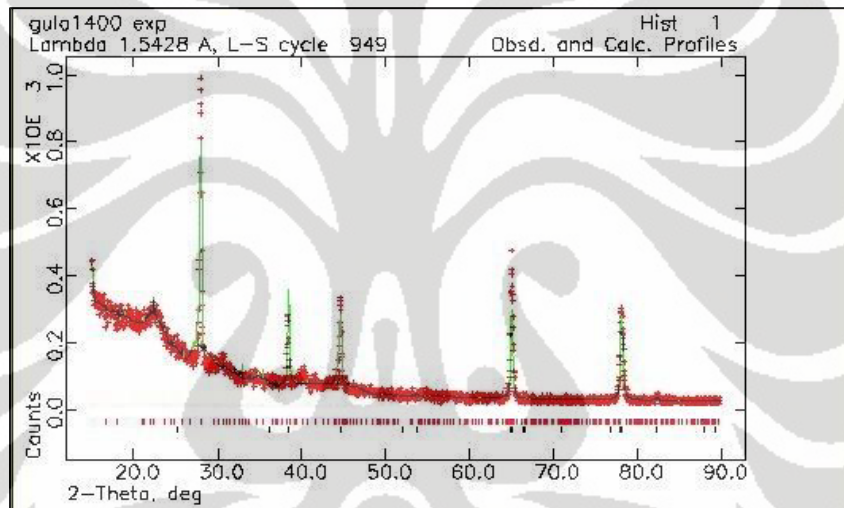
IV.1.3. Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Asam Borat - Glukosa

Pada gambar IV.1.2.a dapat dilihat pola difraksi dari sintesa H_3BO_3 -Glukosa dengan komposisi H_3BO_3 : Glukosa 1X; H_3BO_3 : Glukosa 2X dengan proses sinter menghasilkan fasa yang sama yaitu B_8C_{18} dan B_2O_3 . Dari tabel IV.2 dapat diketahui bahwa komposisi H_3BO_3 dan Glukosa 1X melalui proses sinter pada temperature $400^\circ C$, $800^\circ C$ dan $1000^\circ C$ selama 3 jam menghasilkan fasa B_8C_{18} dan B_2O_3 . Untuk komposisi H_3BO_3 dan Glukosa 2X menghasilkan fasa yang sama kecuali untuk komposisi 3X tidak dapat dilakukan refine. Untuk komposisi 1X dan 2X dengan temperature berbeda-beda memiliki refine yang paling baik (reduksi $\chi^2 = 1,8$)

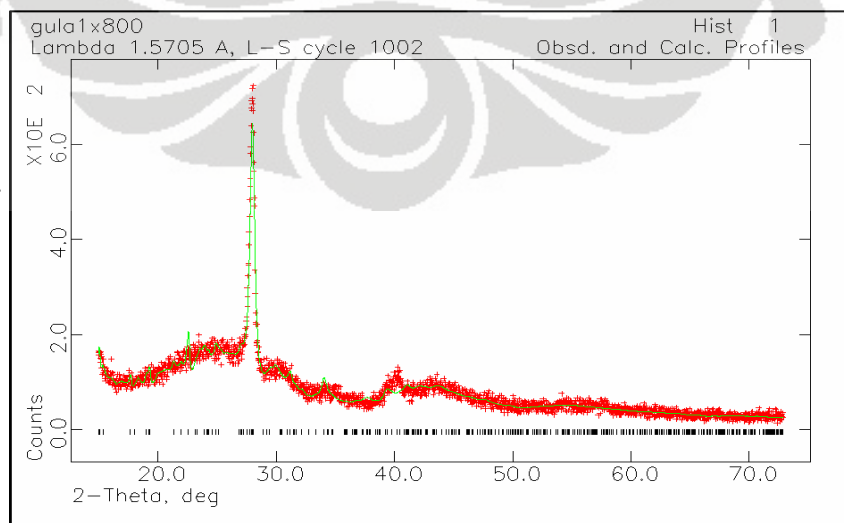
Pada temperature $400^\circ C$ B_8C_{18} , orientasi bidang hkl ditunjukkan oleh puncak $(1\ 2\ 3)$ $(0\ 1\ 3)$ $(1\ 2\ 1)$ $(2\ 1\ 1)$, grup ruang $P2_1\ 2_1\ 2_1$, parameter kisi $a = 13,6400$; $b = 7,8500$; $c = 12,9100$ sistim kristal ortorombik dan B_2O_3 orientasi bidang hkl ditunjukkan oleh puncak $(1\ 3\ 0)$ $(3\ 10)$ $(3\ 0\ 4)$ $(1\ 3\ 1)$, grup ruang $P-3\ M1$, parameter kisi $a = b = 2,879$; $c = 7,052$, sistim kristal trigonal/rhombohedral. Temperatur $800^\circ C$ B_8C_{18} orientasi bidang hkl ditunjukkan oleh puncak $(2\ 0\ 0)$ $(4\ 1\ 2)$ $(2\ 1\ 4)$ $(1\ 1\ 1)$, grup ruang $P\ 2_1\ 2_1\ 2_1$, parameter kisi $a = 13,6400$; $b = 7,8500$; $c = 12,9100$. Sedangkan pada temperature $1000^\circ C$, struktur kristal B_8C_{18} dan B_2O_3 sama dengan temperature $400^\circ C$ juga untuk komposisi Glukosa 1X , 2X dan tanpa sinter



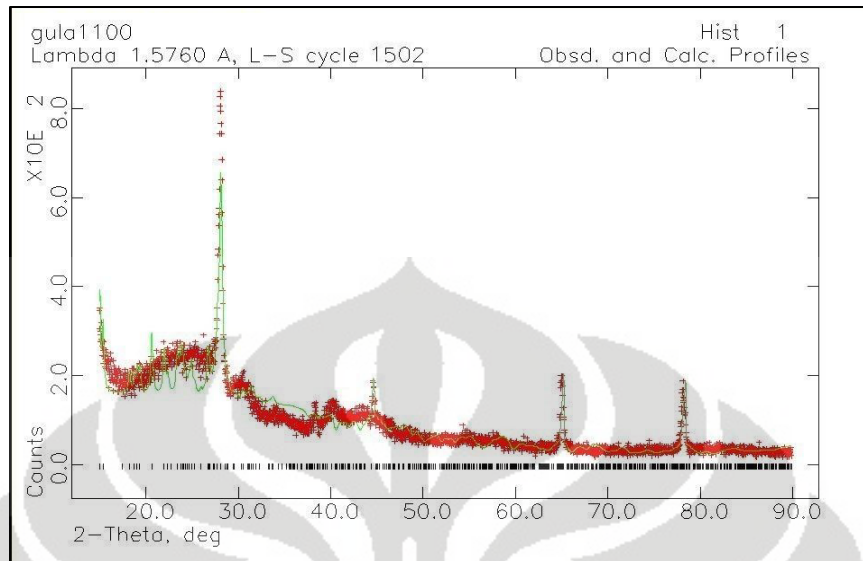
Gambar IV.1.2.a. Pola Difraksi H₃BO₃: Glukosa non Sinter



Gambar IV.1.2.b. Pola Difraksi Gula 1x 400



Gambar IV.1.2.c. Pola Difraksi Gula 1x 800



Gambar IV.1.2.d Pola Difraksi Gula 1x1000

Dapat dilihat pada Tabel IV.1.2. a,b, dan c dan Gambar IV.1.2.a, b, c bahwa tidak terjadi pembentukan fasa B_4C tetapi hanya terbentuk fasa B_8C_{18} dan B_2O_3 juga pada sintesa sampel non sinter sudah terjadi pembentukan fasa, ditunjukkan pada Gambar IV.1.2.d.

Tabel IV.1.2.a :

Karakteristik Struktur Kristal untuk Variasi Campuran Gula dan Variasi Suhu $400^\circ C$

Bahan	Fasa	Grup ruang	Parameter kisi	Sistim Kristal
Glukosa 1x	B_8C_{18}	$P 2_1 2_1 2_1$	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic
	B_2O_3	$P -3 m 1$	a : 2,879 b : 2,879 c : 7,052	Trigonal/ Rhomboidal
Glukosa 2x	B_8C_{18}	$P 2_1 2_1 2_1$	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic
Glukosa 3x	-	-	-	-
H_3BO_3 - Glukosa Non sinter	B_8C_{18}	$P 2_1 2_1 2_1$	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic

Tabel IV.1.2.b :
Karakteristik Struktur Kristal untuk Variasi Campuran Gula dan Variasi Suhu 800°C

Bahan	Fasa	Grup ruang	Parameter kisi	Sistim Kristal
Glukosa 1x	B ₈ C ₁₈	P 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic
Glukosa 2x	B ₈ C ₁₈	P 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic
Glukosa 3x	-	-	-	-

Tabel IV.1.2.c :
Karakteristik Struktur Kristal untuk Variasi Campuran Gula dan Variasi Suhu 1000°C

Bahan	Fasa	Grup ruang	Parameter kisi	Sistim Kristal
Glukosa 1x	B ₈ C ₁₈	P 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic
	B ₂ O ₃	P -3 m 1	a : 2,879 b : 2,879 c : 7,052	Trigonal/ Orthorombic
Glukosa 2x	B ₈ C ₁₈	P 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	a : 13,6400 b : 7,8500 c : 12,9100	Orthorombic
	B ₂ O ₃	P -3 m I	a : 2,879 b : 2,879 c : 7,052	Trigonal/ Rhombohedral
Glukosa 3x	-	-	-	-

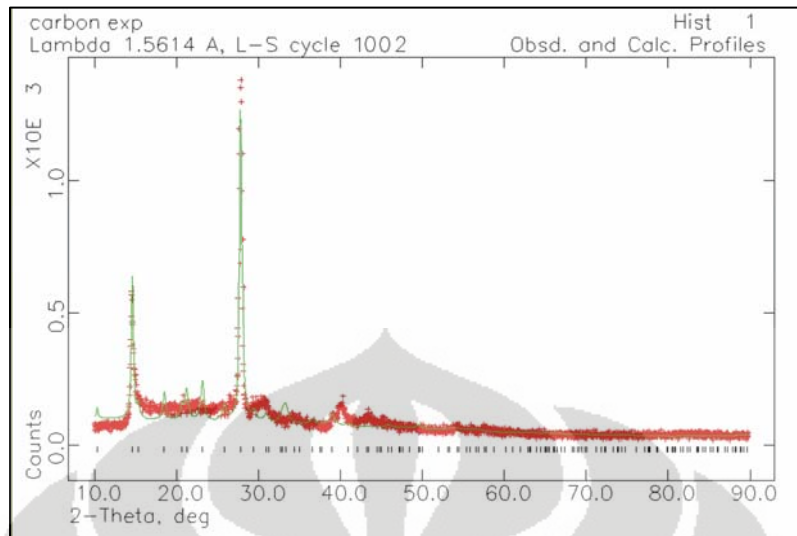
Hal ini ditemukan bahwa material dapat dihasilkan pada temperatur di bawah 300°C, juga lebih dipengaruhi oleh sifat dari asam borat (H₃BO₃) yang larut dalam air bila dipanaskan di atas suhu 170°C dan membentuk asam metaborik atau HBO₂. Asam metaborik adalah suatu bentuk padatan berwarna putih dengan sistim kristal kubik dan larut dalam air. Titik lebur sekitar 236°C dan bila dipanaskan di atas 300°C akan mengalami kehilangan air dan membentuk asam tetraborik atau pyroboric (H₄B₄O₇). Sedangkan pada sampel hasil sintesa dengan proses sinter tidak terjadi perubahan fasa,

hal ini disebabkan karena pada temperature 400°C, 800°C dan 1000°C selama 3 jam, telah melebihi temperatur lebur asam borat (H₃BO₃) sekitar 169°C.

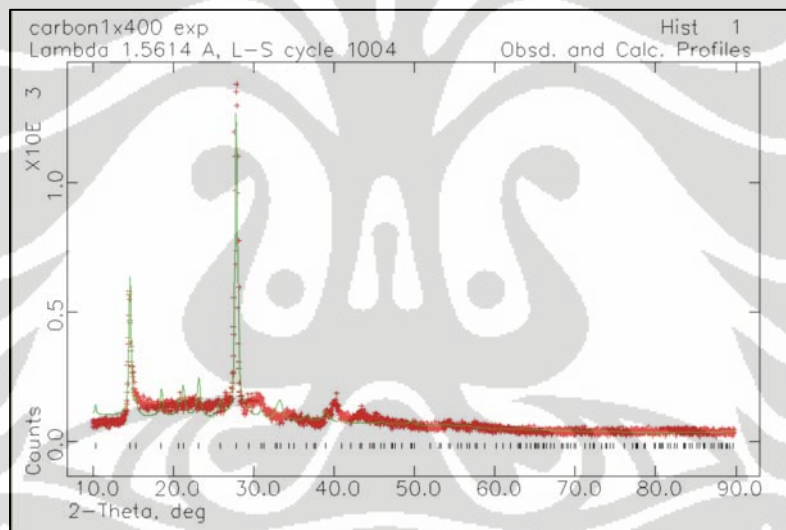
Tidak terbentuknya B₄C walaupun sudah terdapat boron karbida menunjukkan *range homogenitas* yang luas, dari boron karbida yaitu mulai dari B₁₀C, B₈C, hingga B₁₃C₂^[5]. Cakupan yang luas dari perbandingan B/C di dalam boron karbida adalah dalam kaitan dengan penggantian atom boron dengan atom karbon di dalam struktur boron karbida yang masih memiliki fasa tunggal diseluruh *range*. Sedangkan pada komposisi sampel dengan Glukosa 3X (asam borat 247,2 gr: glukosa 252 gr) sulit untuk dirifine sebab pada komposisi ini sesungguhnya telah terbentuk boron karbida tetapi sangat miskin kristalin.

IV.1.4. Pola Difraksi Dan Struktur Kristal Asam Borat -Karbon Aktif

Bahwa komposisi dengan karbon 1X dengan proses sinter pada temperatur 400°C, komposisi H₃BO₃: karbon 1X; H₃BO₃: karbon 2X dan H₃BO₃: karbon 3X. Pada gambar IV.1.3 dapat dilihat pola difraksi dari sintesa H₃BO₃ -karbon dengan proses sinter fasa yang terjadi adalah sama yaitu B₂₅C. Dari tabel IV.2 dapat diketahui pada temperature 400°C dengan komposisi yang berbeda-beda memiliki refine yang paling baik (reduksi $\chi^2=1,8$) hampir sama kecuali untuk komposisi 3X tidak direfine. Untuk komposisi 1X 400°C selama 3 jam menghasilkan fasa B₂₅C, (1 0 2) (1 1 0) (0 0 1) (1 0 1), grup ruang P -4 2 m, parameter kisi a = 8,753; b = 8,753; c = 5,093 sistim kristal tetragonal hal ini berlaku sama dengan komposisi karbon 2X dan tanpa sinter. tetap B₂₅C juga pada sintesa sampel non sinter sudah terjadi pembentukan B₂₅C



Gambar IV.1.3.a Pola Difraksi H₃BO₃ – Karbon Non Sinter



Gambar IV.1.3.b. Pola Difraksi Karbon 1 x 400

Dapat dilihat pada Tabel IV.1.3. dan Gambar IV.1.3.a dan b bahwa tidak terjadi pembentukan fasa B₄C. Bahwa tidak terjadi pembentukan fasa B₄C tetapi B₂₅C juga pada sintesa sampel non sinter sudah terjadi pembentukan fasa yang sama. Hal ini ditemukan bahwa material dapat dihasilkan pada temperatur di bawah 300°C, juga lebih dipengaruhi oleh sifat dari asam borat (H₃BO₃) yang larut dalam air bila dipanaskan di atas suhu 170°C dan membentuk asam metaborik atau HBO₂. Asam metaborik adalah

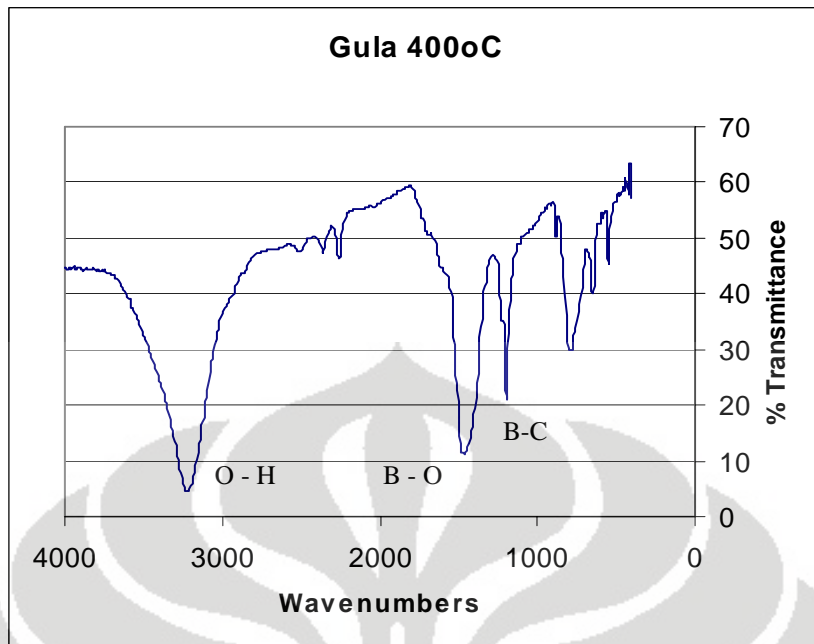
suatu bentuk padatan berwarna putih dengan sistim kristal kubik dan larut dalam air. Titik lebur sekitar 236°C dan bila dipanaskan di atas 300°C akan mengalami kehilangan air dan membentuk asam tetraborik atau pyroboric ($H_4B_4O_7$). Sedangkan pada sampel hasil sintesa dengan proses sinter tidak terjadi perubahan fasa, hal ini disebabkan karena pada temperature 400°C, 800°C dan 1000°C selama 3 jam, telah melebihi temperatur lebur asam borat (H_3BO_3) sekitar 169°C.

Tabel IV.1.3. :
Karakteristik Struktur Kristal untuk Variasi Campuran Karbon Suhu 400°C

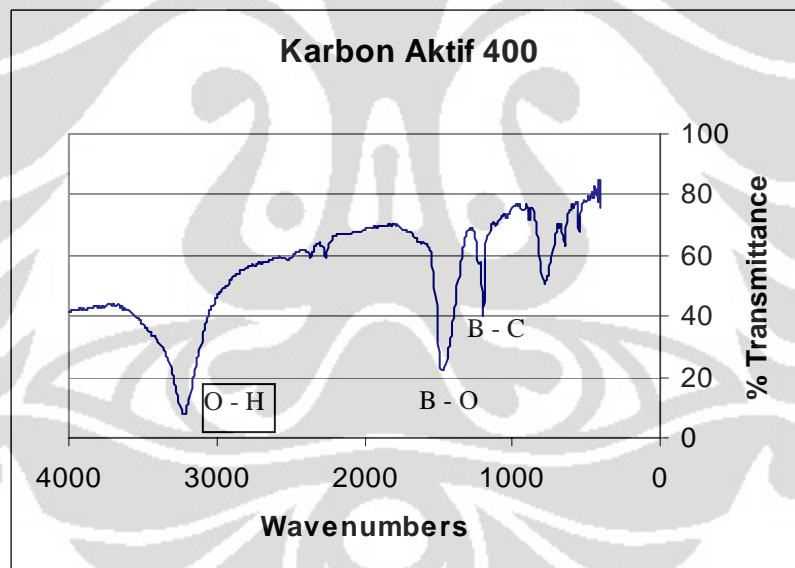
Bahan	Fasa	Grup ruang	Parameter kisi	Sistim Kristal
Karbon 1x	$B_{25}C$	P -4 2 m	a : 8,753 b : 8,753 c : 5,093	Tetragonal
Karbon 2x	$B_{25}C$	P -4 2 m	a : 8,753 b : 8,753 c : 5,093	Tetragonal
Karbon 3x	-	-	-	-
H_3BO_3 – Karbon non Sinter	$B_{25}C$	P -4 2 m	a : 8,753 b : 8,753 c : 5,093	Tetragonal

IV.1.5. Pola Ikatan Molekul Dengan Fourier Transformation Infra Red

Bukti lebih lanjut untuk bentuk B_8C_{18} , B_2O_3 dan $B_{25}C$ dapat dilihat dari Infra merah spectra Gambar IV.2.a pada temperatur 400°C untuk Glukosa 1X + H_3BO_3 dan karbon1X + H_3BO_3 berturut-turut dapat dilihat pada Gambar IV.2.b. Untuk Glukosa 1X 400°C + H_3BO_3 dengan OH getaran peregangan tampak disekitar 3216,68 cm.⁻¹. Penyerapan pada sekitar 1460,67 cm.⁻¹ dihubungkan dengan ikatan B dan O meregang getaran, dan ikatan B dan C pada pita serap tampak pada sekitar 1195,10 cm.⁻¹. Sedangkan untuk karbon 1X 400°C + H_3BO_3 dengan ikatan O dan H pada getaran peregangan tampak disekitar 3216,68 cm.⁻¹. Penyerapan pada sekitar 1477,05 cm.⁻¹ dihubungkan dengan ikatan B dan O meregang getaran, dan ikatan B dan C pita serap tampak pada sekitar 1196,52 cm.⁻¹.



Gambar IV.2.a Pola FTIR untuk H_3BO_3 - Glukosa 400°C



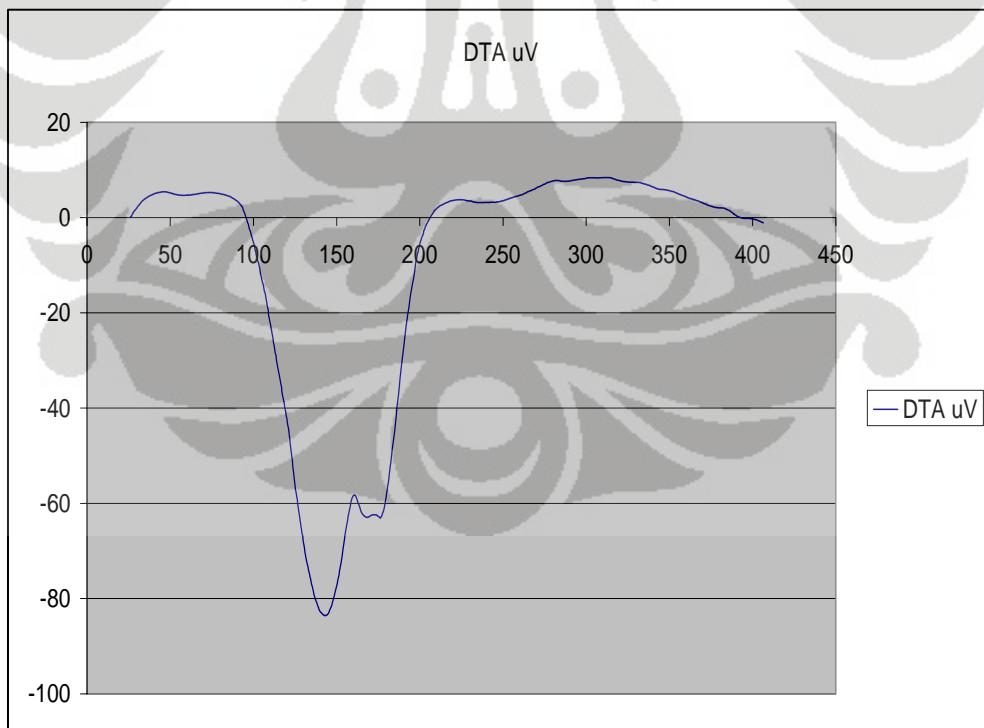
Gambar IV.2.b. Pola FTIR H_3BO_3 -Karbon Aktif 400°C

Hasil FTIR ini menunjukkan bahwa selama sintering pada temperatur 400°C boron karbida saling berikatan yang membentuk ikatan B dan C. Pola difraksi pada FTIR selain pola ikatan molekuler yang terbentuk pada berbagai macam bilangan gelombang, juga dapat diketahui untuk pola dari % transmittance. Dimana dari pola tersebut dapat diketahui bahwa Glukosa suhu 400°C % transmittance lebih banyak

dibandingkan dengan % transmittance karbon hal ini disebabkan pada pembakaran 400oC (Gula 1x) membentuk boron oksida atau teroksidasi. Karbon mengalami oksidasi tetapi Wt % dari boron oksida sangat kecil ini terbukti dari hasil XRD yang tidak dapat mendeteksi adanya boron oksida karena Wt% kurang dari 4%, sehingga Boron oksida (B_2O_3) dianggap sebagai impuritas.

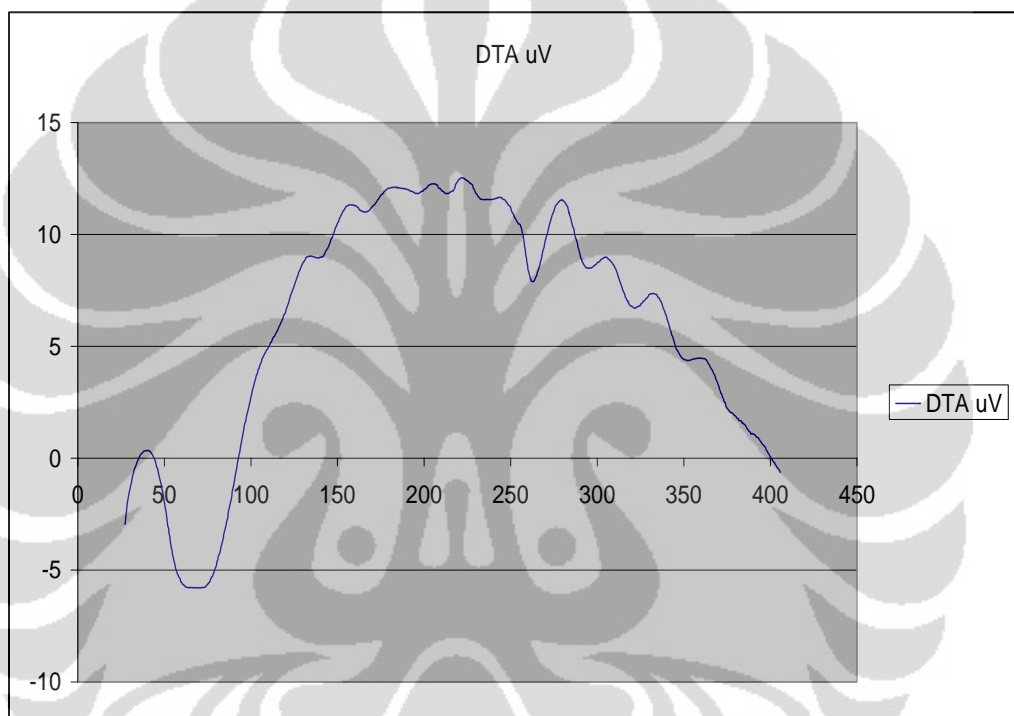
IV.1.6. Disosiasi Temperatur Dengan Differensial Termal Analisis

Uji DTA dilakukan untuk mengetahui titik lebur dari sampel murni, adapun sampel yang diuji adalah asam borat dan karbon. Pada Gambar IV.3a dapat dilihat bahwa pada asam borat terjadi penyerapan panas mulai suhu 143,6°C dan kemudian melepaskan panas pada temperatur 162,3 °C, serta kembali menyerap panas pada temperatur 169°C dan 178,7°C.



Gambar IV.3.a. Grafik Hasil DTA untuk Borat

Gambar IV.3b dapat dilihat bahwa karbon mulai terjadi pelepasan panas pada temperatur 38,6 °C dan selanjutnya berturut-turut pada temperatur 137 °C, 161 °C, 179 °C, 208 °C, 226,7 °C, 282,9 °C, 308 °C, 332,2°C dan 363 °C. Serta menyerap panas mulai temperatur 72,8°C dan selanjutnya berturut-turut pada temperatur 142,2 °C, 169,8 °C, 200 °C, 217 °C, 236 °C, 265,4 °C, 294,3 °C, 324,4 °C dan 350 °C.



Gambar IV.3.b. Grafik Hasil DTA untuk Karbon

I

IV.2. PEMBAHASAN

1. Pencampuran Asam Borat dengan Glukosa

Kenaikan kadar glukosa, untuk pembakaran suhu 400°C dan 800°C, menghambat terbentuknya B₂O₃. Hal ini dapat terjadi karena asam borat yang terdisosiasi, boronnya tidak sempat bereaksi dengan oksigen, tetapi bereaksi dengan karbon. Pada saat pembakaran 400°C dan 800°C, karbon belum terbakar. Tetapi pada pembakaran 1000°C, terjadi pembentukan B₂O₃, hal ini disebabkan oleh berkurangnya

kadar karbon karena terbakar sehingga menyebabkan terjadinya B_2O_3 walaupun kadar karbon yang berasal dari gula, telah ditambah.

Boron karbida yang terbentuk adalah B_8C_{18} , untuk semua temperatur dan semua kadar glukosa. Ini menunjukkan bahwa rute pembentukan boron karbida yang berasal dari asam borat dan glukosa sudah tertentu.

2. Pembentukan Boron Karbida Dari Asam Borat Dan Karbon Aktif

Dari pola difraksi tampak bahwa, boron dan karbon telah terbentuk pada saat pencampuran antara asam borat dengan karbon aktif, menghasilkan $B_{25}C$. Hasil ini tidak berubah, walaupun dibakar pada temperatur $400^\circ C$. Kenaikan kadar karbon dan kenaikan temperatur, tidak mempengaruhi hasil Boron karbida yaitu $B_{25}C$. Tipe Boron karbida yang terbentuk ini $B_{25}C$, hanya satu tipe. Ini menunjukkan bahwa rute pembentukan untuk proses ini hanya satu.

3. Hasil reaksi dari masing-masing bahan awal, akan menghasilkan tipe Boron Karbida yang berbeda.
4. Hasil FTIR menunjukkan bahwa hasil kedua reaksi telah menghasilkan ikatan B-C. Hasil DTA untuk asam borat dan karbon aktif menunjukkan pola yang mendukung adanya pembentukan reaksi tersebut.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 KESIMPULAN

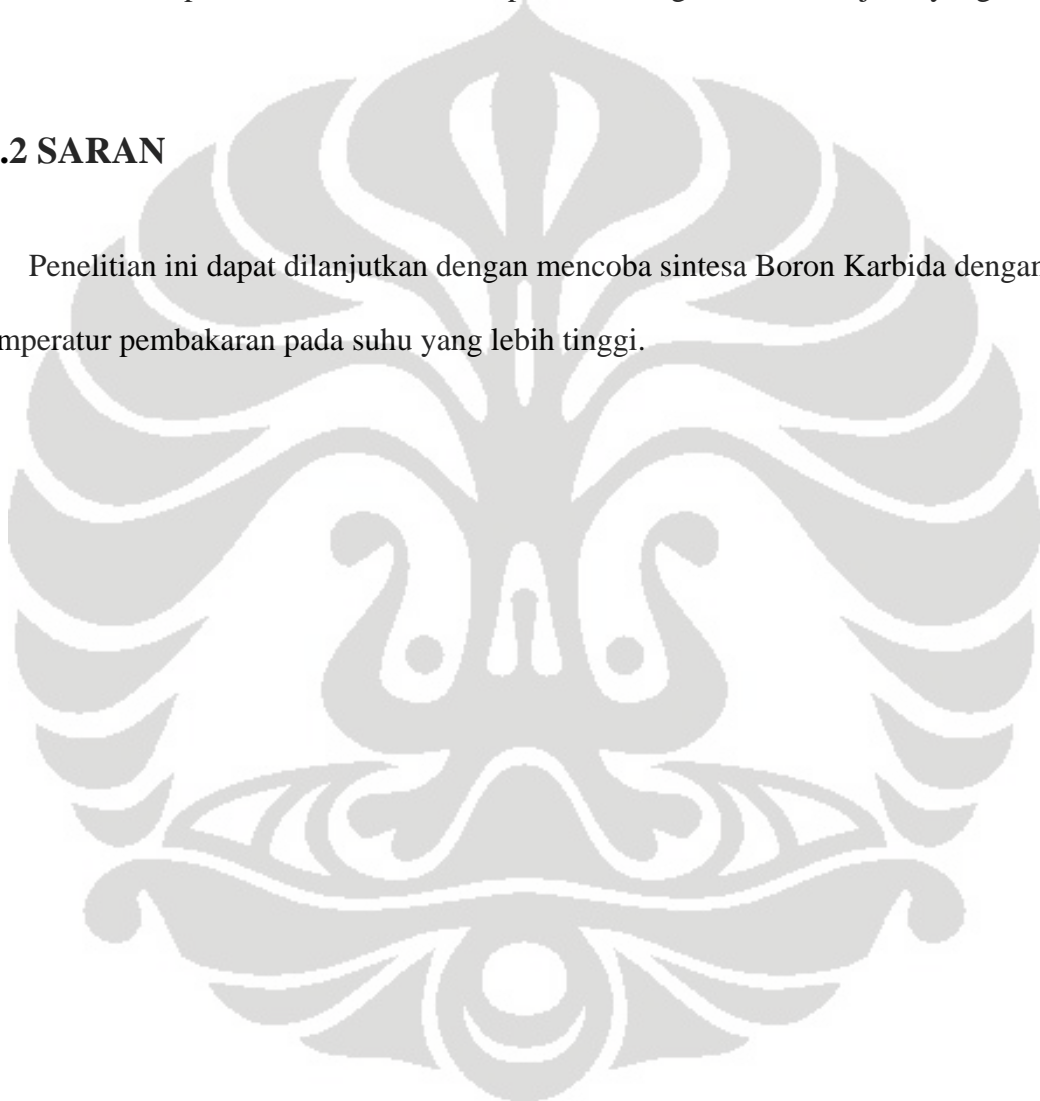
1. Pembuatan Boron Karbida dari dua macam bahan awal yaitu asam borat-karbon aktif dan asam borat-glukosa telah berhasil menghasilkan Boron Karbida.
2. Temperatur optimal dari sintesa Asam Borat-Karbon Aktif pada suhu 400°C sedangkan untuk Asam Borat-Glukosa tercapai pada suhu 400°C , 800°C dan 1000°C .
3. Fasa yang terbentuk dari sintesa Asam borat-karbon adalah B_{25}C untuk semua komposisi dan semua temperatur dan dari sintesa asam borat-glukosa adalah B_2O_3 dan B_8C_{18} , jika kadar gula rendah (1x) dan hanya B_8C_{18} untuk kadar gula yang lebih tinggi dengan temperatur 400°C dan 800°C
4. Struktur kristal yang terbentuk dari sintesa Asam Borat-Karbon Aktif adalah B_{25}C dengan pembentukan parameter kisi $a = 8,753$; $b = 8,753$; $c = 5,093$, grup ruang $P -4 2 m$ dan sistim kristal tetragonal.
5. Struktur kristal yang terbentuk dari sintesa asam borat-glukosa adalah B_2O_3 dengan pembentukan parameter kisi $a = 2,879$; $b = 2,879$; $c = 7,053$, grup ruang $P -3 m 1$ dan sistim kristal Trigonal/Rhombohedral, dan B_8C_{18} dengan pembentukan parameter kisi $a = 13,6400$; $b = 7,8500$; $c = 12,9100$, grup ruang $P 2_1 2_1 2_1$ dan sistim kristal Ortorombik.
6. Sintesa terbaik didapatkan dari reaksi Asam borat dengan Karbon Aktif, karena dengan proses sinter pada temperatur rendah bahkan tanpa disinterpun reaksi

sintesa ini bisa menghasilkan fasa $B_{25}C$ tanpa adanya Boron Oksida (B_2O_3), yang menunjukkan sintesa ini lebih mendekati struktur fasa Boron Karbida (B_4C).

7. Dari reaksi dua macam bahan dasar, dapat diyakini bahwa pembentukan boron karbida untuk bahan yang diteliti, hanya menghasilkan satu macam proses menuju ke satu tipe Boron Karbida dan tiap reaksi menghasilkan satu jenis yang berbeda.

V.2 SARAN

Penelitian ini dapat dilanjutkan dengan mencoba sintesa Boron Karbida dengan variasi temperatur pembakaran pada suhu yang lebih tinggi.



DAFTAR ACUAN

1. T K. Roy.C.Subramanian*,A.K.Suri (2005). *Pressureless Sintering of Boron Carbide*, Ceramics International.XXX.
2. http://www.reader.com/product/carbides/boron_carbide.html
3. G.I.Kalandadze, S.O. Sha Lamberidze, and A.B. Peikrishvili, 2000, *Sintering of Boron Carbide*. Journal of Solid State Chemistry 154, 194 – 198.
4. Martin Steinbruck 2004, *Oxidation of Boron Carbide at High Temperatures*. Journal of Nuclear Materials 336. 185 –193.
5. Liang Shi^{ab}, Yun le Gu^a, Luyang Chen^a, Yitai Qian^{ax}, Zeheng Yang^a, Jianhua Ma^a, 2003. *A Low Temperature Syntetics of Crystalline B4C Ultrafine Powders*. Solid State Communication 128, 5 – 7
6. Shampa Mondal^x, Ajit K Bathia. 2004. *Low temperature Syntetic Route for Boron Carbide*. Journal of the European Ceramics Society 25, 287-291.
7. Fransesco Mauri¹, Nathalie Vast², and Chrisj, Pickard³, 2001, *Atomic Structure of Icosahedral B4C Boron Carbide From a first Principle Analysis of NMR Spectra*. Physical Review Letters Volume 87, Number 8.
8. http://www.reader.com/product/carbides/boron_oxide.html
9. http://www.en.wikipedia.org/wiki/boric_acid
10. <http://www.en.wikipedia.org/wiki/carbon>
11. <http://www.en.wikipedia.org/wiki/glukosa>
12. Larry G. Sneddon, Mario G.L mirabelli, Anne T Lynch, Paul J Fazen, Kai Su, and Jeffreys Beck, 1991. *Polymeric Precursors to Boron Based Ceramics*. Pure&Appl Chem. Vol 63, No 3, PP 407 – 410.
13. Isao, H., Yoshiaki, F., Toshio, T. and Keiko, Y.,J. 1999. *Plymeric Precursors to Boron Carbide*. Mater Sci, Lect, 18. pp 20.
14. A. Alizaded^a, E. Taheri – Nassaj^{ax}, N. Eh Sani^b, 2003. *Syntetic of Boron carbide Powder by a Carbothermic Reduction Methode*. Journal of The European Ceramics Society 24. pp 3227 – 3234.