

SIFAT MAGNETIK BAHAN KOMPOSIT BERBASIS SERBUK MAGNET NdFeB HASIL *MILLING* DAN POLIMER TERMOPLASTIK LLDPE

Evi Yulianti dan Mujamilah

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspiptek Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

SIFAT MAGNETIK BAHAN KOMPOSIT BERBASIS SERBUK MAGNET NdFeB HASIL *MILLING* DAN POLIMER TERMOPLASTIK LLDPE. Telah dilakukan pembuatan dan pengukuran sifat magnetik dari bahan magnet komposit berbasis serbuk magnet NdFeB dengan bahan polimer LLDPE (*Linier Low Density Poly Ethylene*). Besaran magnetik yang diukur adalah induksi magnetik remanens (Br), koersivitas (Hc) dan produk energi maksimum (BHmaks). Sifat magnetik tersebut diukur sebagai fungsi variasi waktu *milling* serbuk magnet dan komposisi komposit. Hasil analisis sifat magnetik menunjukkan bahwa variasi waktu *milling* serbuk yang optimum adalah 10 jam dengan nilai induksi magnetik remanens bahan 0,707 (kG), koersivitas 0,686 (kOe) dan BHmaks 0,12374 (MGOe). Sedangkan dengan variasi komposisi, harga induksi magnetik remanens, koersivitas dan produk energi maksimal meningkat dengan nilai maksimal pada penelitian ini masing masing: 1,27 (kG), 1,16 (kOe) dan 0,37375 (MGOe) pada fraksi serbuk magnet sebesar 70% berat.

Kata kunci : Sifat magnetik, magnet komposit, NdFeB, LLDPE

ABSTRACT

THE MAGNETIC PROPERTIES OF POLYMER BONDED MAGNET BASED ON NdFeB MILLED POWDER AND THERMOPLASTIC POLYMER LLDPE. Preparation and magnetic properties measurements of polymer bonded magnet material based on NdFeB powders and polymer LLDPE (*Linier Low Density Poly Ethylene*) have been done. The measured magnetic properties were remanence (Br), coercivity (Hc) and maximum energy product (BHmax.). These magnetic properties are measured as function of milling time of the magnetic powders and compositions. The magnetic property analysis results show that the optimum milling time is 10 hours with a remanence of 0.707 (kG), a coercivity of 0.686 (kOe) and a BHmax. of 0.12374 (MGOe). The maximum values of remanence, coercivity and maximum energy product are obtained from the composition of 70% magnetic powder, i.e. 1.27 (kG), 1.16 (kOe) and 0.37375 (MGOe) respectively.

Key words : Magnetic properties, composite magnet, NdFeB, LLDPE

PENDAHULUAN

Kebutuhan akan bahan magnet meningkat dengan pesat dalam beberapa dekade belakangan ini. Perkembangan yang dramatis di bidang magnet ini terjadi sejak ditemukannya bahan magnet permanen berbasis logam tanah jarang (*rare earth permanent magnets*) seperti NdFeB, RECo, dan REFeB [1]. Saat ini bahan magnet permanen digunakan secara luas dalam berbagai aplikasi untuk mengubah energi listrik menjadi energi mekanik atau sebaliknya. Tiga sifat penting yang menggambarkan kinerja magnet permanen adalah induksi magnetik *remanens*, (Br), koersivitas, (Hc), dan produk energi maksimum (BHmax) [2].

Aplikasi bahan magnet yang meluas mendorong dikembangkannya pembuatan magnet komposit dengan sifat-sifat yang diinginkan, inovatif dan memiliki daya saing. Magnet komposit dibuat dari bahan magnet yang dicampur atau diikat dengan bahan pengikat bukan

magnet, seperti bahan polimer. Bahan *magnet bonded* memiliki sifat mekanik yang lebih unggul dibanding bahan magnet logam atau magnet keramik yang biasanya mudah patah (*brittle*). Hal ini disebabkan karena komponen polimer tersebut mempunyai sifat mudah dibentuk dan fleksibel. Tetapi sifat magnet bahan *magnet bonded* akan lebih rendah jika dibandingkan dengan magnet *sinter*.

Bahan magnet komposit umumnya diaplikasikan pada bahan dengan karakteristik magnetik yang kurang tinggi seperti alat listrik rumah tangga dan mainan anak-anak. Berkembangnya industri mainan dan makin tingginya pemakaian alat listrik rumah tangga memberikan peluang yang baik pada pengembangan dan produksi *magnet bonded*.

Kegiatan penelitian bahan magnet komposit dengan bahan dasar NdFeB dan berbagai jenis polimer

di Puslitbang Iptek Bahan telah dilakukan sejak beberapa tahun yang lalu. Pemilihan bahan polimer sebagai bahan pengikat (*binder*) berdasarkan pertimbangan pada keberadaan sumber bahan dasar yang cukup besar dari hasil industri petrokimia dalam negeri. Polimer yang telah diuji coba untuk pembuatan magnet *bonded* antara lain polimer epoksi dan resin poliester, menghasilkan bahan *magnet bonded rigid* [3]. Selain itu juga telah dilakukan penelitian tentang pembuatan magnet *bonded* berbasis serbuk magnet ferit dengan bahan polimer karet alam [4] dan jenis polimer lainnya seperti EVA (Etil Vinil Asetat), PP (Polipropilen) dan PE (Polietilen)[5,6].

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis magnet komposit berbasis magnet permanen MQP-0 (magnet permanen NdFeB) dengan perekat berupa polimer termoplastik LLDPE (*Linear Low Density Poly Ethylene*) yang telah diproduksi di dalam negeri. Pada makalah sebelumnya telah dibahas sifat mekanik bahan magnet *bonded* ini [7]. Dalam makalah ini dianalisis pengaruh lamanya waktu penggilingan serbuk MQP-0 terhadap sifat magnetik komposit dan pengaruh komposisi serbuk magnet – polimer terhadap sifat magnetik bahan.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Pada penelitian ini bahan yang digunakan adalah serbuk magnet permanen NdFeB dengan nama dagang MQP-0 produksi Magnequench International, Indiana (USA). Bahan ini dibuat dengan cara pendinginan yang sangat cepat (10^5 K/detik) lelehan NdFeB menggunakan *melt spinning*, atau dengan cara menyemprotkan lelehan paduan NdFeB pada suatu permukaan roda yang berputar sangat cepat sehingga memungkinkan terbentuknya pita-pita (*ribbon*) NdFeB akibat mengalami proses pembekuan dalam waktu yang sangat singkat [1].

Sedangkan bahan polimer LLDPE (*Linear Low Density Poly Ethylene*) yang berbentuk butiran pelet merupakan produk lokal yang dibuat oleh Pertamina.

Penyiapan serbuk

Serbuk magnet MQP-0 yang digunakan merupakan hasil penggerusan pita-pita NdFeB dan masih berupa serbuk yang agak kasar dengan ukuran yang beragam. Oleh sebab itu serbuk terlebih dahulu harus dihaluskan. Alat yang digunakan untuk menghaluskan adalah *Ball Mill* merk Retsch di Bidang Bahan Maju, P3IB-BATAN. Lama proses penggilingan divariasikan masing-masing selama 5 jam, 10 jam dan 20 jam. Untuk menghindari efek korosi, maka proses penggilingan dilakukan di dalam pelarut organik toluena. Distribusi ukuran serbuk hasil penggilingan diamati dengan menggunakan peralatan SEM (*Scanning Electron Microscope*) di Bidang Bahan Industri, P3IB-BATAN.

Pembuatan Komposit Magnet

Serbuk magnet yang telah dihaluskan dan polimer masing-masing ditimbang sesuai dengan komposisi magnet *bonded* yang diinginkan. Variasi komposisi serbuk magnet-polimer yang diuji adalah 40% berat, 50% berat, 60% berat dan 70% berat. Sedangkan massa total komposit magnet yang dibuat adalah 40 gram. Dalam uji pendahuluan untuk pembuatan komposit magnet telah dicoba untuk membuat komposit magnet dengan fraksi serbuk magnet lebih besar dari 70% (75% dan 80%), tetapi ternyata sebagian serbuk magnet masih tercerai berai, tidak terikat sempurna dengan polimer.

Pembuatan komposit dilakukan dengan mencampurkan serbuk magnet dengan polimer di dalam peralatan Labo Plastomill model 30R150 pada Laboratorium Proses Industri, P3TIR-BATAN. Masing-masing bahan dengan parameter yang telah ditentukan dimasukkan ke dalam alat *blending Labo Plastomill* yang diatur suhu kerjanya pada suhu di atas titik leleh polimer LLDPE ($115,9$ °C) atau pada suhu sekitar 160 °C.

Polimer LLDPE dimasukkan ke dalam *Labo Plastomill* dan diaduk hingga meleleh, lalu ditambahkan serbuk magnet, kemudian *diblending* selama jangka waktu 10 menit dengan kecepatan pengadukan 17 rpm.

Hasil *blending* yang diperoleh selanjutnya dibuat menjadi lembaran film magnet komposit. Pembuatan film dilakukan dengan cara meletakkan hasil *blending* didalam cetakan ukuran (20×20) cm^2 , setelah itu ditekan dengan penekan panas (*hot press*) dengan tekanan sebesar 150 kg/cm^2 selama 6 menit. Setelah proses penekanan panas dilakukan proses penekanan dingin menggunakan tekanan sebesar 5 ton untuk keseluruhan permukaan sampel atau $12,5 \text{ kg/cm}^2$.

Pengukuran Sifat Magnet Komposit

Pengukuran sifat magnet bahan dilakukan dengan menggunakan peralatan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Pengukuran dengan peralatan VSM ini akan menghasilkan kurva histeresis terbuka (*open loop*) dari sampel terhadap medan elektromagnet luar yang diberikan. Pada pengukuran *loop* terbuka, medan internal yang dialami oleh sampel berbeda dengan medan magnet luar yang diberikan karena adanya medan demagnetisasi internal yang tergantung pada geometri sampel.

Untuk mendapatkan besaran magnetik material, hasil pengukuran VSM harus dikoreksi efek demagnetisasi dengan menggunakan beberapa persamaan (1) berikut:

$$M(G) = 4\pi M = 4\pi m/V \quad \dots\dots\dots(1)$$

dimana M adalah magnetisasi atau momen magnetik per satuan volume dalam satuan emu/cm^3 , dan V = volume

sampel. m adalah data momen magnetik sampel total yang terukur oleh VSM. Hubungan antara medan magnet internal dengan medan magnet luar yang diberikan dapat dilihat melalui persamaan (2) berikut ini :

$$H_{int} = H_{appl} - 4\pi N_D M \dots\dots\dots (2)$$

Dimana N_D = faktor demagnetisasi sampel dalam satuan SI. Induksi magnetik B dan magnetisasi M berhubungan melalui persamaan (3) :

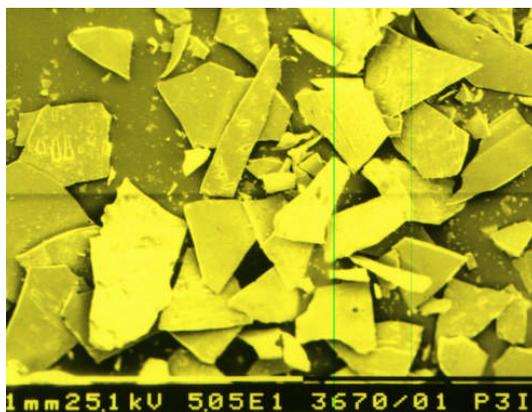
$$B = H_{int} + 4\pi M = H_{appl} + 4\pi M(1 - N_D) \dots\dots\dots (3)$$

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan peralatan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) jenis Oxford VSM 1.2H di Bidang Bahan Maju, P3IB-BATAN. Sampel uji berbentuk bujur sangkar dengan ukuran (4 x 4) mm. Sebelum pengukuran dengan VSM, cuplikan sampel terlebih dulu ditimbang dan ditentukan massa jenisnya. Cuplikan selanjutnya dimagnetisasi dengan menggunakan elektromagnet dengan medan magnet luar sebesar 2 Tesla. Kemudian cuplikan diletakkan dalam *sample holder* dan dimasukkan ke dalam alat VSM, dan diukur. Pengukuran dilakukan pada suhu ruang dengan medan magnetik luar maksimal 1 Tesla.

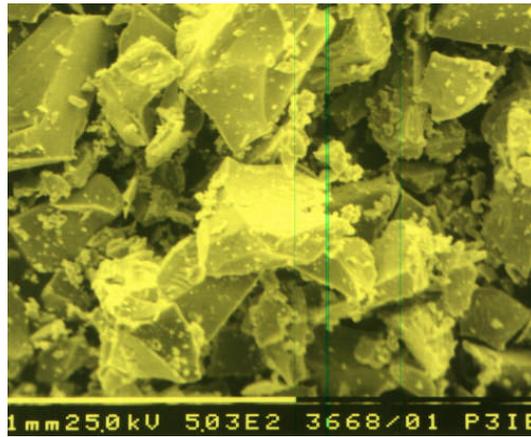
Dari hasil uji sifat mekanik sebelumnya [7] diperoleh bahwa sifat mekanik optimal diperoleh untuk magnet *bonded* dengan komposisi 50% : 50% dengan waktu *milling* 10 jam. Berdasar hasil ini pengukuran sifat magnetik dilakukan pada sampel dengan komposisi 50% : 50% pada berbagai waktu *milling* serbuk dan sampel dengan serbuk hasil *milling* 10 jam pada berbagai komposisi. Selanjutnya dilakukan analisis pada kurva histeresis yang diperoleh untuk menentukan besaran magnetik seperti magnetisasi remanen (B_r), koersivitas (H_c), dan produk energi maksimum (BH_{max}).

HASIL DAN PEMBAHASAN

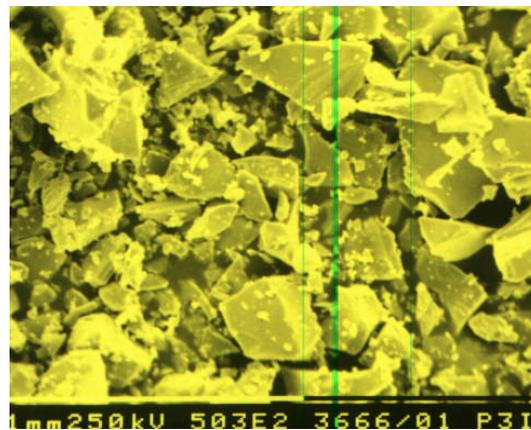
Sebelum proses pembuatan komposit magnet terlebih dahulu dilakukan proses penggilingan terhadap serbuk magnet dengan berbagai variasi



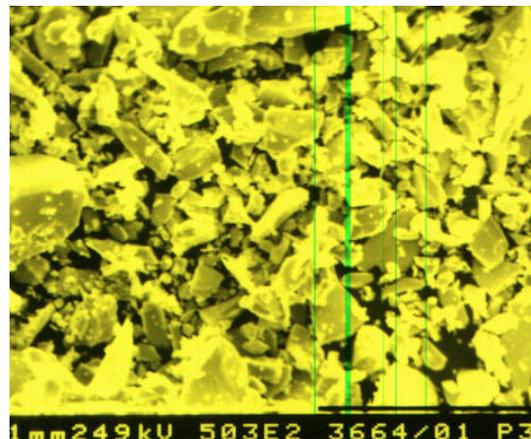
serbuk asli (0 jam)
 (pengamatan dengan perbesaran 50,5 X)



waktu *milling* 5 jam
 (pengamatan dengan perbesaran 503 X)



waktu *milling* 10 jam
 (pengamatan dengan perbesaran 503 X)



waktu *milling* 20 jam
 (pengamatan dengan perbesaran 503 X)

Gambar 1. Serbuk MQP-0 dengan berbagai waktu penggilingan

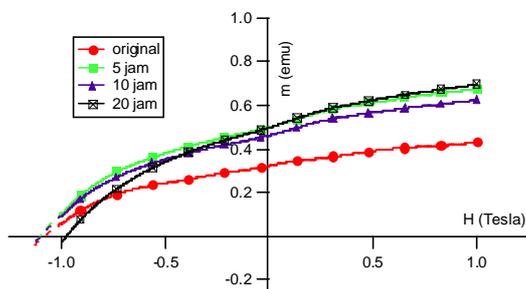
waktu penggilingan. Hasil dari serbuk yang diperoleh dapat dilihat pada foto SEM pada Gambar 1.

Dari gambar hasil foto SEM dapat dilihat dengan makin lamanya waktu penggilingan, nampak ukuran serbuk MQP-0 lebih homogen. Sebaran ukuran serbuk yang diperoleh dengan variasi waktu *milling* dapat dilihat pada Tabel 1.

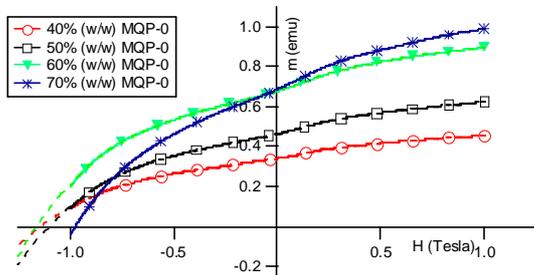
Hasil pengukuran VSM berupa kurva histeresis pada kuadran 1 dan kuadran 2 komposit magnet NdFeB – LLDPE dengan variasi waktu *milling* serbuk dan variasi komposisi dapat dilihat pada Gambar 2 dan Gambar 3.

Tabel 1. Sebaran ukuran serbuk dengan variasi waktu *milling*

Serbuk	Range ukuran serbuk
0 jam (serbuk asli)	< 750 μm
5 jam	< 70 μm
10 jam	< 42 μm
20 jam	< 25 μm



Gambar 2. Kurva histeresis hasil pengukuran VSM cuplikan magnet *bonded* komposisi 50:50 dengan variasi waktu *milling* serbuk

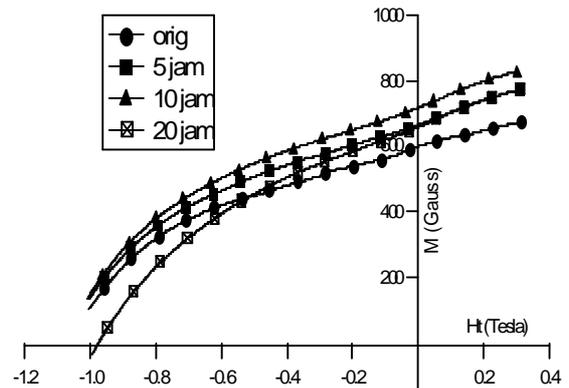


Gambar 3. Kurva histeresis hasil pengukuran VSM cuplikan magnet *bonded* serbuk hasil *milling* 10 jam dengan variasi komposisi

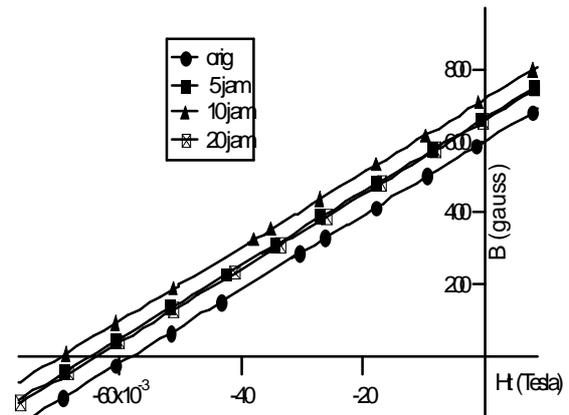
Secara umum, dari kurva histeresis yang dihasilkan terlihat bahwa dengan medan luar sebesar 1 Tesla yang diberikan belum cukup untuk menjenuhkan bahan komposit magnet permanen NdFeB-LLDPE. Pada sampel dengan serbuk original dan hasil *milling* 5 jam dan 10 jam (Gambar 2) dan sampel dengan fraksi MQP-0 40 %berat, 50 %berat dan 60 %berat pada Gambar 3, medan magnet balik yang diberikan belum mencapai harga koersivitas intrinsik dan informasi tentang koersivitas intrinsik bahan ditentukan melalui ekstrapolasi kurva (pada gambar berupa garis putus-putus).

Pada pengukuran sifat magnet bahan magnet permanen, kurva histeresis pada kuadran 2 yang merupakan kurva demagnetisasi lebih sering menarik

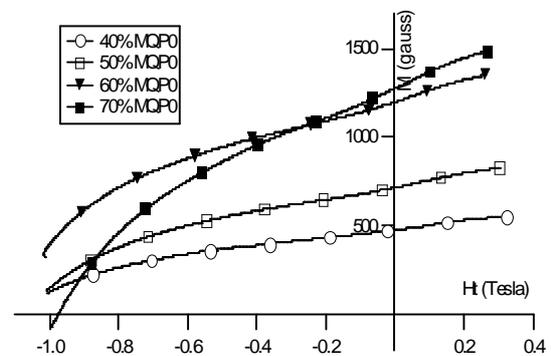
perhatian karena pada kuadran 2 tersebut sifat magnet bahan diperlihatkan secara utuh. Bentuknya mengandung informasi yang berkaitan dengan bagaimana magnet akan bekerja pada kondisi statis dan dinamis. Selanjutnya dilakukan analisis sifat magnetik bahan yang meliputi besaran magnet: induksi *remanens*, (*Br*), koersivitas, (*Hc*), dan produk energi maksimum (*BHmax*) dengan menggunakan persamaan (1), persamaan (2) dan persamaan (3) di atas.



Gambar 4. Kurva M terhadap H_t pada kuadran 2 dari komposit MQP0-LLDPE (50:50)w/w variasi waktu *milling*

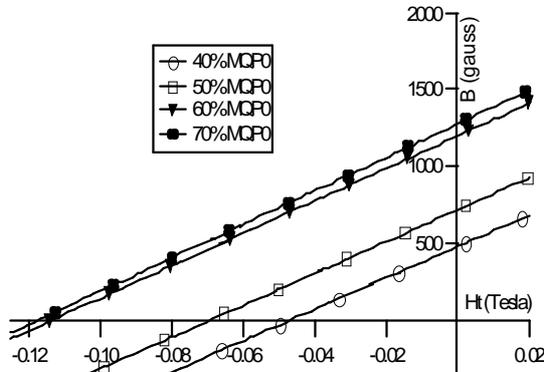


Gambar 5. Kurva B terhadap H_t pada kuadran 2 dari komposit MQP0-LLDPE (50:50)w/w variasi waktu *milling*



Gambar 6. Kurva M terhadap H_t pada kuadran 2 dari komposit MQP0-LLDPE (serbuk 10j) variasi komposisi

Hasil analisis dan perhitungan pada kuadran 2 menggunakan persamaan (1), persamaan (2) dan persamaan (3) dapat dilihat pada Gambar 4 sampai dengan Gambar 7 serta Tabel 2 dan Tabel 3 sebagai berikut.



Gambar 7. Kurva B terhadap Ht pada kuadran 2 dari komposit MQP0-LLDPE (serbuk 10j) variasi komposisi

Tabel 2. Besaran sifat magnet komposit LLDPE-MQP0 variasi waktu *milling* serbuk

Serbuk	ρ (g/cm ³)	Br (kG)	Hc (kOe)	BHmax (MGOe)
Original	1.5904	0,586	0,570	0,08642
5 jam	1,587	0,659	0,638	0,10665
10 jam	1,581	0,707	0,686	0,12374
20 jam	1,572	0,655	0,631	0,10417

Tabel 3. Besaran sifat magnet komposit LLDPE-MQP0 variasi komposisi

Komposisi (gr/gr)	ρ (g/cm ³)	Br (kG)	Hc (kOe)	BHmax (MGOe)
40% MQP0	1,358	0,459	0,463	0,0555
50% MQP0	1,581	0,707	0,686	0,12374
60% MQP0	1,894	1,19	1,12	0,33924
70% MQP0	2,289	1,27	1,16	0,37375

Variasi waktu *milling* serbuk magnet berpengaruh terhadap nilai besaran magnet komposit yang dihasilkan. Dari Tabel 2 terlihat bahwa densitas bahan (ρ) komposit magnet cenderung mengalami penurunan walau tidak begitu signifikan. Secara teoritis seharusnya harga ρ bahan tidak mengalami perubahan karena cuplikan sampel diambil pada komposisi yang sama (50 : 50). Perbedaan harga ini kemungkinan muncul akibat kurang homogenya hasil proses *blending*. Dari Tabel 2 terlihat harga besaran magnet yaitu induksi magnetik *remanens* (Br), koersivitas (Hc) dan produk energi maksimum (BHmaks) mulai dari waktu *milling* 0 jam sampai waktu *milling* 10 jam mengalami peningkatan. Ini bisa dijelaskan karena proses *milling* menyebabkan serbuk magnet

menjadi lebih halus, serbuk yang makin halus akan mendekati tercapainya kondisi *single domain particle* dimana pada kondisi ini sifat magnetik bahan menjadi optimal. Proses pemagnetan bahan menjadi lebih mudah dan energi yang dibutuhkan lebih rendah [9]. Namun pada cuplikan dengan serbuk hasil *milling* 20 jam terlihat besaran magnet bahan komposit mengalami penurunan. Hal ini disebabkan oleh efek penggerusan yang terlalu lama akan menimbulkan panas yang mengakibatkan terjadinya pertumbuhan butir (*grain growth*). Jadi pada komposit serbuk yang *dimilling* 20 jam ini terjadi keadaan dimana pencapaian kondisi *single domain particle* dilawan oleh adanya pertumbuhan butir [10], akibatnya harga besaran magnetiknya menjadi berkurang.

Makin besar fraksi serbuk magnet dalam komposit magnet maka nilai besaran magnetnya seperti induksi magnetik *remanens*, koersivitas dan produk energi maksimumnya juga akan semakin besar seperti terlihat pada Tabel 3. Ini disebabkan makin besar fraksi serbuk magnet, maka densitas bahan komposit akan makin besar, selain itu jarak antar serbuk magnet di dalam bahan makin dekat sehingga interaksi momen magnetik di dalam bahan juga makin besar. Pada fraksi serbuk 70% berat kenaikan besaran magnetnya tidak sebanding dengan kenaikan harga densitas. Hal ini kemungkinan karena pada fraksi tersebut interaksi antara polimer dengan serbuk magnet tidak lagi optimal, ini berdasarkan data sifat mekaniknya dimana pada fraksi tersebut kekuatan mekanik bahan juga mengalami penurunan yang cukup signifikan [7].

Sifat magnetik magnet komposit dengan polimer LLDPE ini masih rendah. Hal ini disebabkan masih rendahnya kelarutan serbuk magnet dalam polimer LLDPE yaitu hanya mencapai maksimal 70% berat yang setara dengan 22% volume. Dengan asumsi linieritas fungsi magnetisasi terhadap % volume serbuk maka pada fraksi volume 22% ini nilai induksi magnetik *remanens* seharusnya mencapai 1400 Gauss (fraksi volume 100% nilai *remanens* 7000 Gauss [11]). Namun seperti telah dianalisis diatas, harga induksi magnetik *remanens* untuk sampel 70% berat yang dibuat pada penelitian ini hanya mencapai 1270 Gauss. Hasil ini juga mendukung analisis kurang homogenya hasil proses *blending* bahan seperti telah dijelaskan sebelumnya. Untuk memperbaiki kondisi ini dan juga untuk meningkatkan kelarutan serbuk dalam polimer perlu dilakukan penelitian lebih lanjut antara lain dengan menambahkan aditif yang sesuai untuk menurunkan viskositas polimer atau dengan menambahkan *coupling agent* ke dalam serbuk magnet.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa polimer termoplastik LLDPE dapat digunakan sebagai *binder* dalam pembuatan komposit magnet berbahan dasar MQP-0 (NdFeB) dengan komposisi maksimal MQP-0 dalam penelitian ini 70%

berat. Variasi waktu *milling* serbuk magnet berpengaruh terhadap sifat magnet komposit, semakin lama serbuk magnet *dimilling*, harga besaran magnet bahan komposit sampai batas waktu tertentu juga makin besar dan pada penelitian ini ini waktu *milling* serbuk magnet yang optimal adalah 10 jam. Disamping itu variasi komposisi komposit juga berpengaruh terhadap sifat magnetik bahan dimana makin besar fraksi serbuk MQP0 harga besaran magnetnya juga semakin besar

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kepala Bidang Proses Industri- P3TIR atas penggunaan fasilitas *Labo Plastomill, hotpress* dan *coldpress*, serta kepada Bpk Sudirman yang telah menyediakan polimer LLDPE, juga kepada Ibu Ari Handayani yang telah membantu pengambilan gambar SEM.

DAFTARACUAN

- [1]. CROAT. J.J., Bonded Neodymium Magnet; A decade of Growth, President Advanced Magnetic Materials, *10th Intl. NdFeB Conf.*, Illinois, (1997)
- [2]. B.M. MA, J.W. HERCHENROEDER, B. SMITH, M. SUDA, D.N. BROWN, Z. CHEN, *J. Magn. Mater.*, **239** (2002) 418-423
- [3]. A. KARO KARO, SUHARPIYU, MAYA FEBRI, MUJAMILAH, EVI Y., SETYO P., RIDWAN dan SUDIRMAN, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3**(2)(2002) 10-15
- [4]. SUDIRMAN, RIDWAN, MUJAMILAH dan WALUYO TRIONO, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **2** (1) (2000) 13-17
- [5]. SUDIRMAN, RIDWAN, MUJAMILAH, SILVIANI BUDIMAN dan FEBRIYANTIEKAPUTRI, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3** (2) (2002) 34-38
- [6]. SUDIRMAN, RIDWAN, MUJAMILAH, HANY JULAIHA dan ELA HAYATI, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3** (2) (2002) 21-24
- [7]. E. YULIANTI, SUDIRMAN, RIDWAN dan DEVI LISTIANA P., *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3**(2)(2002) 16-20
- [8]. B.C. DODRILL, B.J. KELLEY, *Measurement with VSM Permanent Magnet Materials*, Lake Shore Cryotronics, Inc, Westerville, OH
- [9]. J.J CROAT, J.F. HERBST, R.W. LEE and P.E. PINKERTON, *Appl. Phys. Lett.*, **44**(1984) 148
- [10]. MUJAMILAH, BAMBANG SUGENG, EVI Y., M. REFAI M., SETYO P. dan RIDWAN, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3** (2) (2002) 6-9
- [11]. MAGNEQUENCH INTERNATIONAL, *Material Data Sheet MQP-0, MQP-Q*, Anderson, Indiana (1999)