

ANALISIS STRUKTUMIKRO MAGNET PERMANEN SISTEM NdFeB-SmCo

Taufik A. Bonaedy, Mabe Siahaan dan Azwar Manaf

Departemen Fisika FMIPA - UI
Kampus UI Depok, Depok 16424

ABSTRAK

ANALISIS STRUKTURMIKRO MAGNET PERMANEN SISTEM NdFeB-SmCo. Telah dilakukan penelitian magnet hibrida berbasis $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ dan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dengan komposisi 80% $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{8,5}$ dan 20% $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (% berat). Proses preparasi pembentukan struktur komposit yang dimaksud adalah melalui teknik konvensional metalurgi serbuk. Proses *ball mill* dilakukan pada serbuk dengan variasi waktu milling 2 jam sampai dengan 22 jam. Dari serbuk material hibrida hasil proses *milling* ini dilakukan pembuatan magnet hibrida melewati proses *sintering* dengan suhu *sintering* 1100 °C, 1130 °C, dan 1160 °C. Studi identifikasi fasa terhadap sampel magnet dengan XRD menunjukkan bahwa fasa magnet utama yaitu $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ dan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dapat dipertahankan, meskipun telah menjalani proses perlakuan panas. Namun pada sampel magnet hibrida dengan ukuran serbuk semakin halus yaitu hasil penghalusan dengan waktu relatif lama diidentifikasi fasa oksida berupa Sm_2O_3 , NdO_2 , Nd_2O_3 . Ditemukan bahwa suhu 1160 °C merupakan suhu pematangan optimal untuk menjadikan fasa 2/17 sebagai fasa dominan pada sampel magnet hibrida.

Kata kunci : $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, magnet hibrida, *mechanical milling*

ABSTRACT

ANALYSIS MICROSTRUCTURE OF PERMANENT MAGNET SYSTEM NdFeB-SmCo. The investigation of hybrid permanent magnet based on $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ and $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ which was made from 80 wt% powder $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{8,5}$ and 20 wt% powder $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$, prepared by powder metallurgy process had been done. Both $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{8,5}$ and $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ alloy powders were mechanically milled for various times from 2 h up to 22 h in toluene atmosphere. These alloy milled powders was made hybrid permanent magnet sample through sintering at temperature 1100 °C, 1130 °C, and 1160 °C and followed annealing process. The phase and microstructure changes after sintering and heat treatment had been investigated using XRD and SEM. The result showed that the main phase $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ and $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ was maintained after heat treatment process and the oxide phase such as NdO_2 , Nd_2O_3 , Sm_2O_3 was increased with the increasing milling time. Sintering at 1160 °C was the optimum temperature to make the sample compact and $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ phase dominant at hybrid permanent magnet.

Key word : $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, hybrid magnet, mechanical milling

PENDAHULUAN

Material magnet permanen berbasis logam tanah jarang-logam transisi (RE-TM) telah menjadi fokus penelitian dan pengembangan sejak akhir tahun 1960-an. Dimulai dengan dikembangkannya magnet permanen SmCo_5 (1:5) oleh Das (1969) dengan teknik material serbuk [1,2] kemudian disusul pengembangan magnet permanen $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ (2:17) oleh Strnat dan terakhir material magnet berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ oleh kelompok peneliti Sumitomo [1,3]. Magnet permanen berbasis Sm-Co sangat cocok pada penerapan bersuhu tinggi dikarenakan memiliki suhu Curie (Tc) antara lain untuk 1:5 adalah 720°C dan untuk 2:17 adalah 920 °C. Magnet permanen berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (2:14:1) memiliki produk energi maksimum (BH_{max}) paling tinggi tetapi tidak cocok pada penerapan bersuhu tinggi dikarenakan memiliki suhu Curie 312 °C [1].

Untuk memperbaiki kekurangan dari sifat masing-masing magnet permanen maka dilakukan berbagai usaha. Magnet permanen $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ disubstitusi unsur Fe untuk meningkatkan kuat magnetnya [1]. Sedangkan magnet permanen berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ disubstitusi atom Co sehingga membentuk sistem $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{14}\text{B}$. Hal tersebut terbukti bahwa suhu Curie meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi Co dan menurun kembali setelah mencapai nilai optimum[7].

Upaya meningkatkan sifat intrinsik magnet permanen dilakukan pula dengan menggabungkan dua jenis material magnet permanen. Beberapa peneliti mencoba membuat paduan material magnet yang terdiri dari material magnet kuat (*hard magnetic*) dan magnet lemah (*soft magnetic*) seperti paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\alpha\text{Fe}$ [5,8], $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B} / \text{Fe}_3\text{B}$ [4]. Paduan tersebut mendapatkan hasil

yang cukup memuaskan. Selain memadukan material magnet kuat (*hard magnetic*) dan magnet lemah (*soft magnetic*) dilakukan pula paduan antara sesama material magnet kuat (*hard magnetik*) seperti $\text{SmCo}_5/\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ [6]. Berdasarkan hal diatas penulis mencoba membuat paduan magnet hibrida $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{17}/\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Dari hasil paduan tersebut diharapkan diperoleh material magnet yang memiliki sifat magnetik yang lebih baik dan tahan terhadap suhu tinggi.

METODE PERCOBAAN

Serbuk material magnet $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{8,5}$ dan $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ diperoleh dari lembaga komersial berukuran 20V - 40 μm . Kedua jenis material magnet dibuat sampel magnet hibrida dengan komposisi 80 wt% serbuk $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{8,5}$ dan 20 wt% serbuk $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$. Serbuk campuran tersebut kemudian mengalami proses *ball mill* dalam suasana *toluene*. Perbandingan massa antara bola dengan serbuk adalah 12:1. Serbuk *dimilling* dengan variasi waktu *milling*: 2 jam, 4 jam, 6 jam, 10 jam, 16 jam, dan 22 jam.

Tahapan berikutnya serbuk hibrida hasil *ball mill* dimasukkan ke dalam cetakan berbentuk silinder dengan diameter ~10 mm dipadatkan dengan tekanan satu arah sebesar 76-82 MPa menggunakan mesin *hydraulic press* berkapasitas 60 ton. Selama proses kompaksi sampel tidak dimagnetisasi. Proses ini menghasilkan sampel padatan muda (*green compact*) berbentuk silinder berdiameter ~10 mm dengan ketebalan ~3mm.

Sampel padatan muda (*green compact*) kemudian dimasukkan ke dalam tabung kuart dan udara di dalam tabung dikeluarkan melalui sistem vakum. Untuk mencapai tingkat steril dari oksigen yang lebih baik, ruang dalam tabung beberapa kali dibilas dengan gas Ar dan diakhiri dengan penutupan sehingga berbentuk kapsul. Kapsul gelas kuart yang berisi sampel kemudian menjalani proses sintering pada suhu yang divariasikan yaitu 1100°C, 1130° dan 1160°C selama 5 menit diikuti

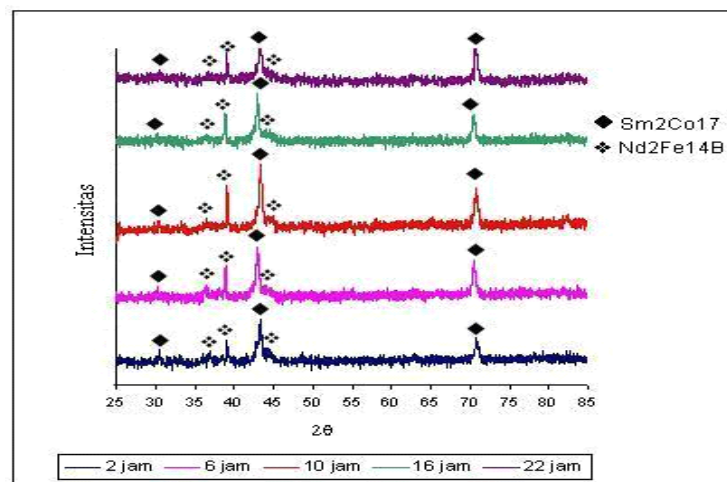
proses *annealing* pada suhu 850 °C selama 8 jam setelah itu mengalami pendinginan lambat hingga suhu 400 °C dan ditahan selama 7 jam 30 menit.

Untuk pengamatan struktur mikro, sampel dipoles sampai permukaannya bebas goresan dan diikuti *etsa* menggunakan campuran *glyserine* 70 mL dan asam nitrat 30 mL. Pengamatan struktur mikro dilakukan dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)* JEOL JSM-5310LV. Studi identifikasi fasa dilakukan dengan difraktometer sinar-X menggunakan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ yang bekerja pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA.

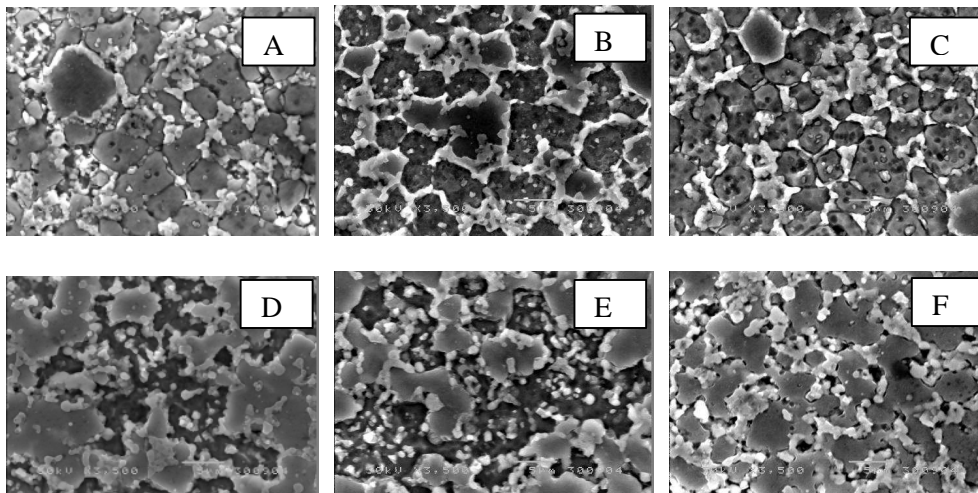
HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1. menunjukkan pola difraksi XRD dari serbuk campuran antara serbuk $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dengan $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{8,5}$ yang *dimilling* dalam suasana *toluene* menggunakan *planetary ball mill* untuk berbagai waktu *milling*. Kesemua pola difraksi menunjukkan jumlah puncak difraksi yang minim dan umumnya melebar dengan bertambahnya waktu *milling*. Melebarnya puncak difraksi disebabkan ukuran serbuk yang menjadi semakin halus. Meskipun jumlah puncak difraksi sedikit, puncak difraksi yang ada diidentifikasi milik dari fasa $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ dan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Jadi disini dapat disimpulkan bahwa efek dari proses *milling* adalah penghalusan serbuk rata-rata. Namun, fasa dari masing-masing serbuk tidak terpengaruh. Dengan perkataan lain tidak ditemukan adanya dekomposisi fasa karena proses *ball mill*.

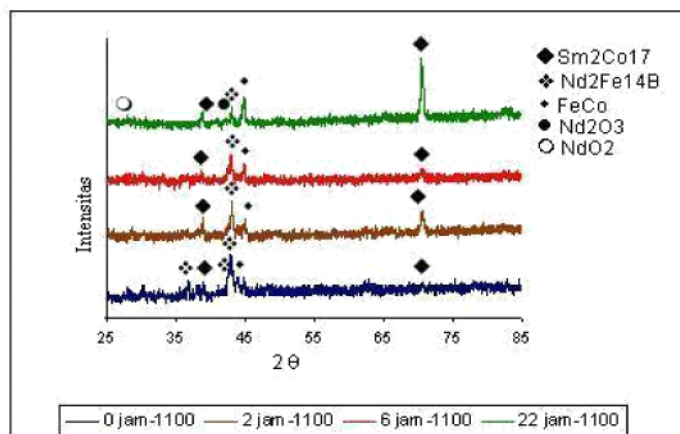
Gambar 2 menunjukkan struktur mikro dari sampel magnet hasil *milling* yang menjalani perlakuan panas *sintering* 1100°C. Seperti yang terlihat pada Gambar 2, untuk sampel magnet yang *dimilling* 2 jam sampai dengan 6 jam dihasilkan struktur mikro yang cukup baik ditandai dengan batas-batas butir dapat terlihat jelas. Butir-butir yang terbentuk berdasarkan hasil difraksi sinar X pada Gambar 3 memperlihatkan secara dominan adalah fasa berbasis 2-14-1 sedangkan fasa $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tidak banyak



Gambar 1. Grafik XRD serbuk hasil *milling*



Gambar 2. Strukturmikro sampel magnet hibrida dengan suhu *sintering* 1100°C dan yang *dimilling*: (A) 2 jam, (B) 4 jam, (C) 6 jam, (D) 10 jam, (E) 16 jam, dan (F) 22 jam



Gambar 3. Grafik XRD sampel magnet hibrida dengan suhu *sintering* 1100 °C

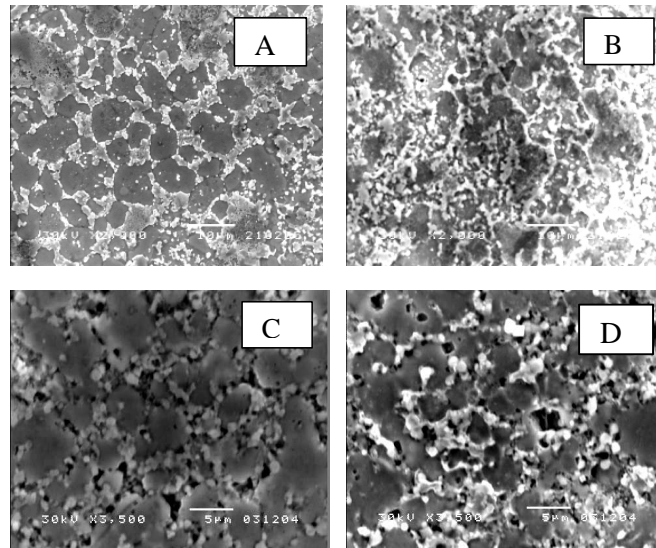
terbentuk. Fasa $Nd_2Fe_{14}B$ dominan dikarenakan suhu *sintering* 1100 °C merupakan suhu yang baik untuk pembentukan fasa $Nd_2Fe_{14}B$ dan mendekati suhu *sintering* $Nd_2Fe_{14}B$. Pada suhu *sintering* ini, fasa Sm_2Co_{17} terdekomposisi menjadi fasa $FeCo$, Sm_5Co_2 , dan $Sm(Co,Cu)_5$. Hal tersebut menyebabkan eksese Sm dan Co yang kemudian bergabung dengan fasa $Nd_2Fe_{14}B$ membentuk $(Nd,Sm)_2(Fe,Co)_{14}B$. Fasa $(Nd,Sm)_2(Fe,Co)_{14}B$ merupakan fasa hasil hibrida yang diharapkan terbentuk. Dari gambar strukturmikro juga dapat dilihat terdapat lapisan berwarna putih di batas butir. Berdasarkan penelitian terdahulu mengenai mikrostruktur $Sm(Co,Fe,Cu,Zr)_{8,5}$, fasa yang terbentuk dibatas butir merupakan fasa 1-5 yang kaya dengan Cu atau $Sm(Co,Cu)_5$ [1,9]. Pada sampel magnet hibrida, fasa $Sm(Co,Cu)_5$ juga terdapat dan mengisi batas butir dikarenakan magnet hibrida tersebut terbuat dari 80 wt% $Sm(Co,Fe,Cu,Zr)_{8,5}$.

Sedangkan pada sampel magnet hibrida dengan waktu *milling* 10 jam sampai dengan 22 jam tidak dihasilkan strukturmikro yang cukup baik. Batas-batas

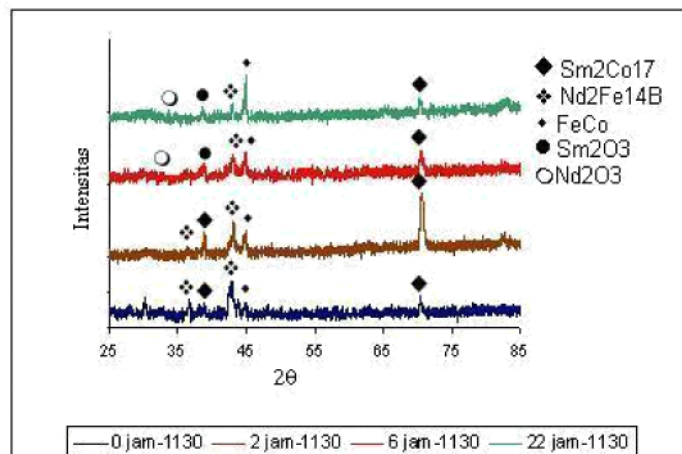
butir tertutup oleh lapisan-lapisan yang menumpuk. Dari hasil difraksi sinar X semakin lama waktu *milling* mengakibatkan sampel teroksidasi sehingga muncul fasa Nd_2O_3 , dan NdO_2 . Fasa-fasa oksida ini kemungkinan terdapat pada lapisan-lapisan tersebut.

Gambar 4 menunjukkan strukturmikro sampel magnet hibrida yang *disinter* pada suhu 1130 °C. Suhu 1130 °C dipilih karena suhu ini adalah suhu homogenisasi dari fasa 2-17. Dari hasil difraksi sinar X menunjukkan pada sampel magnet hibrida yang *disinter* pada suhu 1130 °C, terjadi peningkatan fraksi volume fasa 2-17. Hal ini ditandai dari hasil difraksi sinar X yang menunjukkan fasa 2-17 lebih banyak terdeteksi bila dibandingkan pada suhu *sinter* 1100 °C meskipun demikian terjadi juga dekomposisi fasa 2-17 membentuk fasa lain seperti fasa Sm_5Co_2 , dan $FeCo$. Akan tetapi *sintering* pada suhu 1130 °C belum membuat fasa 2-17 menjadi dominan. Fasa oksida tetap tidak bisa dihilangkan bahkan cenderung meningkat pada sampel yang *dimilling* 16jam dan 22 jam.

Dengan pola perlakuan yang sama dan suhu *sinter* yang dinaikkan menjadi 1160 °C diperoleh



Gambar 4. Strukturmikro sampel magnet hibrida dengan suhu *sintering* 1130°C dan yang *dimilling*: (A) 2 jam, (B) 4 jam, (C) 16 jam, (D) 22 jam.



Gambar 5. Grafik XRD sampel magnet hibrida dengan suhu *sintering* 1130°C.

fasa 2-17 menjadi dominan dan fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ masih dapat dipertahankan. Suhu 1160 °C mendekati suhu *sinter* 2-17 yang menyebabkan terjadinya difusi antar unsur logam tanah jarang (Nd dan Sm) dan logam transisi (Fe dan Co) membentuk pola 2-17 seperti yang terlihat pada hasil XRD. Pola 2-17 yang dimaksud adalah bentuk paduan $(\text{Sm,Nd})_2(\text{Fe,Co})_{17}$. Gambar 6 menunjukkan strukturmikro sampel yang *disinter* pada suhu 1160 °C.

KESIMPULAN

Fasa-fasa magnet utama yaitu fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ dari magnet hibrida telah berhasil dipertahankan setelah melewati serangkaian proses perlakuan panas. *Sintering* pada suhu 1160 °C merupakan suhu pepadatan optimal yang diperoleh untuk membuat fasa 2-17 sebagai fasa dominan pada

sampel magnet hibrida sesuai dengan disain strukturmikro. Efek *milling* dengan waktu relatif lama menyebabkan serbuk pada padatan rentan terhadap oksidasi terutama dengan waktu *milling* lebih dari 10 jam terjadi peningkatan lapisan oksida pada magnet hibrida.

DAFTARACUAN

- [1]. E.P WOHLFARTH, K.H.J. BUSCHOW, *Ferromagnetic Material-A Handbook on The Properties of Magnetically Ordered Substance*, 4, North Holland, Amsterdam, (1988)
- [2]. D.K. DAS, *IEEE Trans. Magn., Mag*, 5 (1969) 214
- [3]. K.J. STRNAT, *IEEE Trans. Magn., Mag*, 8, (1972) 511
- [4]. R. COEHOORN, D.B.MOOJI, C. DE WAARD, *J Magn. Magn. Mater.* 80, (1989) 101

- [5]. G.C. HADJIPANAYIS, *J Magn. Magn. Mater.* **200**, (1999) 373
- [6]. A. YAN, A. BOLLERO, O. GUTFLEISCH, and K.-H. MULLER, *J. Appl. Phys.* **91**, (2002) 2192
- [7]. SAGAWA M., S. HIROSAWA, K. TOKUHARA, H. YAMAMOTO, Y. MATSUURA, S. FUJIMURA, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-22**, (1986) 910
- [8]. I. PANAGIOTOPOULOS, L. WITHANAWASAM, G.C. HADIPANAYIS, *J. Magn. Magn. Mater.* **152**, (1996) 353
- [9]. J. FIDLER, J. BERNARDI, K. OBASHI, Y. TAWARA, *IEEE Trans. Magn., Mag.* **26**, (1990) 1385

TANYA JAWAB

Novrita Idayanti, PPET - LIPI Bandung

Pertanyaan

1. Apa keuntungan penelitian dengan menggabungkan 80% SmCo dan 20% NdFeB bila dibandingkan dengan sifat awal sebelum dicampur.

Jawaban

1. Adanya penggabungan 80% SmCo dan 20% NdFeB diharapkan diperoleh magnet permanen yang memiliki sifat magnetik yang tinggi dan suhu *Curie* yang lebih baik dibandingkan sebelum dicampur.