

EFEK ANIL SUHU RENDAH PADA TERFENOL-D YANG DIBUAT DENGAN METODE REDUKSI-DIFUSI

M.I. Maya Febri, Mashadi

P3IB-BATAN, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, 15314 Tangerang, Indonesia
E-mail: mfebri@cbn.net.id

ABSTRAK

EFEK ANIL SUHU RENDAH PADA TERFENOL-D YANG DIBUAT DENGAN METODE REDUKSI-DIFUSI – Dalam kegiatan ini dipelajari efek anil suhu rendah pada paduan magnetostriktif yang diperoleh dengan metode Reduksi-Difusi (RD). Diharapkan bahwa apabila cuplikan sebelumnya mengandung fasa sekunder berupa hidrida, fasa tersebut dapat dihilangkan dengan perlakuan anil tersebut. Anil dilakukan pada suhu 200°C, selama 8 jam, dalam vakum dinamis pada cuplikan berbentuk pelet yang dibungkus dalam lembaran Tantalum. Dalam ruangan cuplikan diletakkan pula 'getter' yaitu Ti murni. Hasil analisis data XRD menunjukkan beberapa aspek: pertama, ada kecenderungan penyempitan puncak-puncak difraksi setelah anil. Diduga ini akibat 'internal stress relieve', karena pada suhu anil tersebut, tidak ada perbaikan tingkat kristalisasi sampel. Kedua, fasa hidrida dapat dihilangkan melalui perlakuan anil ini, dan ketiga, pada cuplikan tertentu terlihat ada pergeseran posisi puncak-puncak difraksi fasa utama ke arah sudut yang lebih besar, menandakan bahwa fasa utama tersebut pada awalnya juga mengandung hidrogen dalam jumlah yang sangat kecil, yang belum pernah terdeteksi sebelumnya. Sebagai kesimpulan, perlakuan anil tersebut memberikan dampak positif pada cuplikan Terfenol-D, dan merupakan modifikasi penting dari metode sintesis Reduksi-Difusi.

Kata kunci: Anil, Terfenol-D, Reduksi, Difusi

ABSTRACT

THE EFFECT OF LOW-TEMPERATURE VACUUM ANNEALING ON TERFENOL-D MADE BY THE REDUCTION-DIFFUSION METHOD. This paper reports the effect of low-temperature vacuum annealing on Terfenol-D samples made by the Reduction-Diffusion (RD) method. It was expected that the hydride phase previously present in the sample could be removed by the annealing. The annealing was done at 200°C, under dynamic vacuum for 8 hours. The pelletised samples were wrapped in Ta-foil then placed in a glass tube together with a pure Titanium getter. The XRD data analyses show several results: first, the FWHM values of peaks of annealed samples are smaller than those of samples before annealing. This might be due to internal stress relieving, since at that temperature, the diffusion is not favored yet. Second, the hydride phase could be removed by annealing. Third, for certain samples, it was observed a shift of position of the main phase's peaks to a bigger 2θ angle, meaning that the main phase initially contained a tiny amount of hydrogen, something which had not been detected yet. In conclusion, the low-temperature vacuum annealing has positive effect on Terfenol-D samples, and can be considered as an important modification of the RD technique.

Key words: Annealing, Terfenol-D, Reduction, Diffusion

PENDAHULUAN

Dalam pembuatan paduan magnetostriktif Terfenol-D dengan metode Reduksi-Difusi, dalam kondisi tertentu dapat diperoleh cuplikan yang, selain mengandung fasa utama yaitu $Tb_{0,3}Dy_{0,7}Fe_2$, juga mengandung fasa sekunder berupa hidrida $Tb_{0,3}Dy_{0,7}Fe_2H_x$ [1]. Fasa hidrida tersebut dicirikan dengan parameter kisi yang lebih besar ($a \sim 7,6 \text{ \AA}$) daripada parameter kisi fasa utama ($a \sim 7,3 \text{ \AA}$), sementara struktur kristalnya tetap sama, yaitu kubik

berpusat muka $Fd\bar{3}m$ tipe $MgCu_2$. Sehingga dalam karakterisasinya, fasa hidrida dapat dilihat dari adanya puncak-puncak difraksi berindeks sama dengan fasa utama, namun posisinya berada pada sudut yang lebih kecil, sesuai dengan rumus Bragg:

$$2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (1)$$

Keberadaan fasa hidrida pada umumnya tidak

diinginkan, sebab selain fasa tersebut mempengaruhi sifat magnetik cuplikan, juga membuat cuplikan menjadi lebih rapuh (fenomena *hydrogen embrittlement*). Cara terbaik untuk mendapatkan cuplikan berfasa tunggal adalah dengan sedapat mungkin menghindari pembentukan fasa hidrida tersebut [2]. Namun apabila cuplikan sudah terlanjur mengandung fasa hidrida, pertanyaannya adalah bagaimana menghilangkannya? Berikut ini adalah latar belakang pemikirannya.

Dalam suatu struktur kristal kubus berpusat muka $Fd\bar{3}m$, masih terdapat interstisi yang dapat dimuati atom-atom berukuran kecil seperti atom hidrogen. Fasa yang diperoleh kemudian disebut hidrida. Proses pembentukan hidrida adalah melalui mekanisme difusi, di mana koefisien difusi merupakan fungsi suhu. Pada suhu yang lebih tinggi, proses difusi semakin mudah (harga koefisien difusi lebih besar).

Di lain pihak, ada kemungkinan bahwa cuplikan yang dibuat dengan metode Reduksi-Difusi (RD) mempunyai lapisan oksida/ hidroksida pada permukaan serbuk. Ini dimungkinkan karena dalam tahap pembuatannya, ada proses pencucian serbuk dalam air. Molekul-molekul air dapat saja masih teradsorpsi pada permukaan serbuk, di mana terdapat ion-ion tanah jarang berafinitas tinggi. Yang terbentuk adalah hidroksida tanah jarang atau besi. Pada suhu kamar, lapisan ini dapat berfungsi sebagai pelindung bagian dalam partikel serbuk terhadap oksidasi lebih jauh. Lapisan ini dapat pula berfungsi sebagai penghambat terlepasnya atom-atom hidrogen dari cuplikan. Oleh karena itu, dalam usaha untuk mengeluarkan hidrogen, ikatan kimia hidroksida tersebut harus dihancurkan dahulu dengan memberikan energi termal yang cukup.



Hipotesis

Dari pertimbangan-pertimbangan di atas, dapat diasumsikan bahwa pelepasan hidrogen dapat dilakukan dengan cara melakukan anil pada suhu yang memungkinkan difusi atom hidrogen mudah, sekaligus terlepasnya ikatan hidroksida pada permukaan partikel serbuk. Data terdahulu pada jenis paduan lain menunjukkan bahwa suhu sekitar 200°C merupakan batasan yang ideal [3]. Lebih-lebih lagi, suhu ini masih dalam batas stabilitas termal cuplikan [1], sebagaimana dapat dilihat dari data *Differential Thermal Analysis* (DTA) dalam acuan tersebut.

Tujuan

Tujuan dari kegiatan ini adalah membuktikan bahwa fasa hidrida dalam cuplikan Terfenol-D hasil sintesis dengan metode RD dapat dihilangkan dengan cara melakukan anil pada suhu yang tepat, yaitu sekitar 200°C, jauh lebih rendah daripada suhu sintesisnya.

TATA KERJA

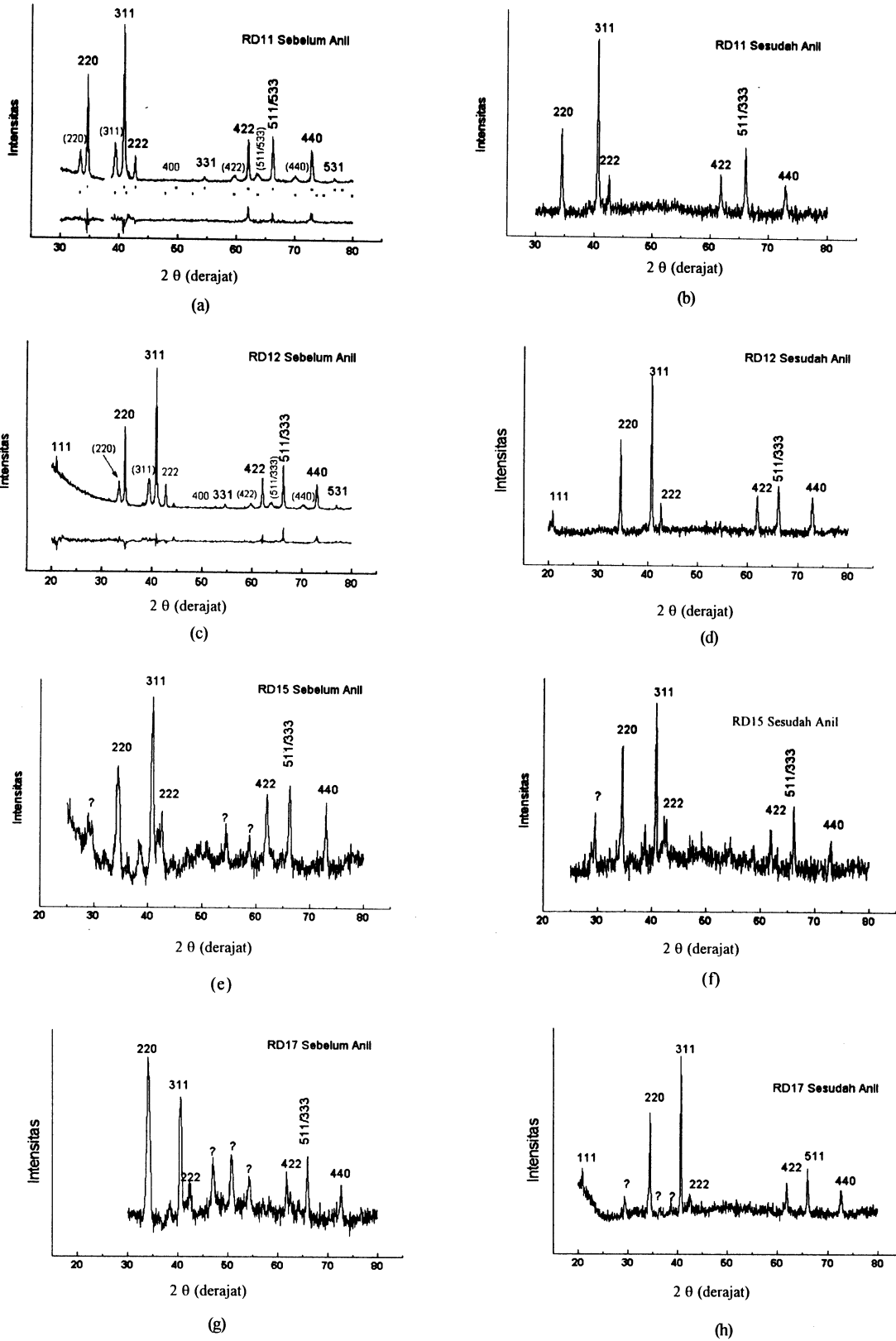
Cuplikan berupa serbuk Terfenol-D, yang telah dibuat dengan metode Reduksi-Difusi (RD) sesuai dengan prosedur yang diuraikan dalam acuan [4]. Empat jenis cuplikan, yaitu RD11, RD12, RD15 dan RD17 telah dianil. Masing-masing cuplikan dipress lebih dahulu dalam cetakan berdiameter 6 mm, dengan kekuatan 1 ton gaya. Setelah itu, pelet dibungkus secara terpisah dalam lembaran Tantalum, dimasukkan ke dalam tabung *pyrex* bersama dengan sepotong Titanium yang akan berfungsi sebagai 'getter' untuk menangkap molekul-molekul gas yang tidak sempat terhisap keluar oleh pompa vakum. Salah satu ujung tabung tertutup, dan ujung tabung yang lainnya dihubungkan dengan pompa vakum. Ruang dalam tabung lalu dipompa selama 30 menit, sebelum pemanasan dimulai. Vakum mencapai $10^{-2} - 10^{-3}$ Torr. Setelah itu, cuplikan dipanaskan pada suhu 200°C selama 8 jam sambil dipompa terus-menerus (vakum dinamik). Tujuan pemompaan ini adalah agar gas-gas yang terlepas dari cuplikan tidak menempel/ masuk lagi ke dalam sampel ketika sampel didinginkan. Setelah anil selesai, cuplikan didinginkan, kemudian pelet dihancurkan dan serbuknya dianalisis dengan teknik difraksi sinar X (XRD) menggunakan difraktometer SHIMADZU XD610 di P31B-BATAN dengan rentang pengukuran 20 - 80°. Target yang digunakan adalah Cu dengan $\lambda K_{\alpha} = 1,54103\text{\AA}$.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar-gambar 1 (a) s.d. (h) menampilkan data intensitas difraksi sinar X pada cuplikan-cuplikan RD11, RD12, RD15 dan RD17 sebelum dan sesudah anil. Beberapa pembahasan dapat diberikan berdasarkan data tersebut:

Pertama, cuplikan RD15, yang sebelum dilakukan anil, kualitas kristalisasinya rendah, setelah anil tingkat kristalisasinya tetap rendah. Anil pada suhu 200 °C tidak dapat memperbaiki tingkat kristalisasi sampel tersebut.

Kedua, beberapa puncak tak dikenal pada cuplikan RD17 sebelum dianil, hilang setelah cuplikan mengalami perlakuan anil. Posisi puncak-puncak tersebut, yang ditentukan melalui *fitting* Gaussian, adalah sebagai berikut: $2\theta = 34,136^\circ$ (posisi puncak [220]), $38,4^\circ$, $47,054^\circ$, $50,70^\circ$ dan $54,185^\circ$. Khusus untuk puncak pada indeks Miller [220], sebelum anil, intensitas puncak tersebut lebih tinggi daripada puncak [311], meskipun seharusnya dalam fasa Laves RFe_2 , puncak [311] adalah yang paling tinggi intensitasnya. Sehingga ada dugaan kuat bahwa pada posisi tersebut terdapat superposisi dua puncak atau lebih, di mana yang satu adalah puncak [220] fasa Terfenol-D dan yang lain termasuk dalam kategori puncak tak dikenal, yang menghilang setelah anil. Ini terbukti dari turunnya intensitas relatif puncak [220] tersebut terhadap puncak [311].



Gambar 1. a-h: Pola difraksi cuplikan RD11, 12, 15 dan 17 sebelum dan sesudah anil

Tabel 1. Hasil analisis data intensitas difraksi Sinar-X fasa utama Terfenol-D, dengan 'fitting' Gaussian. Tanda (+) dan (-) menunjukkan kenaikan atau penurunan harga 2θ dan FWHM

CUPLIKAN	hkl	SEBELUM ANIL		SESUDAH ANIL	
		posisi 2θ	FWHM	posisi 2θ	FWHM
RD11	220	34,560	0,236	34,480 (-)	0,241 (+)
	311	40,776	0,251	40,795 (+)	0,174 (-)
	422	61,942	0,276	61,889 (-)	0,254 (-)
RD12	220	34,632	0,247	34,480 (-)	0,229 (-)
	311	40,861	0,229	40,800 (-)	0,207 (-)
	222	42,742	0,218	42,600 (-)	0,187 (-)
	422	62,039	0,267	61,915 (-)	0,310 (+)
RD17	220	34,136	0,641	34,473 (+)	0,213 (-)
	311	40,523	0,456	40,682 (+)	0,227 (-)
	511	65,900	0,363	66,030 (+)	0,297 (-)

Catatan: data cuplikan RD15 tidak dapat di 'fit' karena statistik pengambilan datanya kurang mendukung.

Ketiga, pada cuplikan RD11 dan RD12 terlihat jelas bahwa puncak-puncak fasa hidrida, yang ditandai dengan indeks Miller dalam kurung, tidak lagi tampak setelah cuplikan-cuplikan tersebut dianil. Hal ini menandakan dengan jelas bahwa dalam batas kemampuan teknik difraksi sinar X, fasa hidrida dapat dihilangkan melalui proses anil tersebut. Jadi, cuplikan-cuplikan yang terkontaminasi fasa hidrida dapat dibersihkan lagi berkat perlakuan anil tersebut.

Apabila dilakukan analisis lebih mendalam dari data intensitas difraksi sinar-X tersebut, maka tampak bahwa puncak-puncak utama fasa Terfenol-D cuplikan RD17 mengalami pergeseran posisi ke arah sudut 2θ lebih besar akibat anil. Hal ini dapat dilihat dengan cara melakukan *fitting* Gaussian pada masing-masing puncak tersebut, sehingga diperoleh data posisi 'center' dan 'Full Width at Half Maximum' (FWHM). Data tersebut dirangkum dalam Tabel 1.

Tabel 1 juga menunjukkan bahwa sebagian besar puncak mengalami penyempitan (penurunan FWHM) setelah anil, yang dapat diakibatkan oleh beberapa hal: pertama, pelepasan tegangan internal (*internal stress release*) selama anil. Kedua, fasa utama mungkin pada awalnya tidak seratus persen bebas dari hidrida. Maksudnya, ada beberapa bagian yang terhidrogenasi secara tidak homogen, dengan kadar H yang sangat sedikit dan distribusinya lebar,

sehingga tidak sampai timbul puncak difraksi baru, namun hanya terjadi pelebaran puncak difraksi terhadap apabila sampel pada awalnya 100% bebas hidrogen. Selama anil, hidrogen tersebut lepas, dan setelah anil, yang terlihat adalah fasa utama yang jauh lebih 'bersih' hidrogen. Pada cuplikan RD17¹, sangat mungkin ini yang terjadi karena terlihat pergeseran posisi puncak ke sudut yang lebih besar. Hasil ini mempunyai arti penting, karena ini menunjukkan bahwa sampel yang biasanya dianggap bebas hidrogen, kemungkinan ia tidak bebas sama sekali, artinya kemungkinan ada hidrogen dalam jumlah infinitesimal yang terdapat di dalam sampel, yang selama ini tidak terdeteksi.

Pada cuplikan-cuplikan RD11 dan RD12, posisi puncak-puncak difraksi fasa utama bergeser ke arah sudut 2θ yang lebih kecil, dengan disertai juga oleh penurunan FWHM. Orde pergeseran itu sama dengan untuk RD17, yaitu 0,1–0,2 derajat. RD11 dan RD12 sebelum anil mengandung fasa hidrida RFe_2H_x di mana atom-atom hidrogen (dalam jumlah relatif besar) kemudian lepas karena sampel dianil sambil dipompa. Diduga bahwa masih ada sejumlah *infinitesimal* atom hidrogen yang terikat dalam partikel, sangat mungkin dalam batas butir/ cacat kristal.

KESIMPULAN

Perlakuan anil suhu rendah dalam kondisi vakum dinamis yang disertai 'getter', yang diberikan pada cuplikan-cuplikan RD mengakibatkan efek yang berbeda pada tiap sampel. Namun pada dasarnya, anil tersebut membantu pelepasan tegangan dalam cuplikan dan pelepasan hidrogen, molekul air, dan molekul-molekul lain yang mungkin teradsorpsi pada permukaan cuplikan (nitrogen, carbon,). Anil tersebut juga menyebabkan hilangnya fasa-fasa tak dikenal, yang besar kemungkinannya terdiri dari oksida/hidroksida. Jadi anil tersebut berdampak positif pada sampel karena bersifat 'membersihkan'. Langkah perlakuan anil tersebut merupakan suatu modifikasi yang penting dari metode sintesis Reduksi-Difusi.

DAFTAR ACUAN

- [1]. M.I.M. Febri, E. S. Bahrum, T. Pandiangan, "Karakterisasi Fasa Hidrida RFe_2H_x Hasil Samping Proses Sintesis Reduksi-Difusi Paduan RFe_2 ", Kumpulan Makalah Fisika Zat Padat, Material Elektronik dan Polimer/Keramik, SFN XVII, Yogyakarta, Desember 1998, HFI-PPNY-BATAN, 184-188
- [2]. M.I.M. Febri, Laporan RUT V.3/42 Tahun II, 1998-1999
- [3]. M.I.M. Febri, Thesis Doktor, Universitas Joseph Fourier, Grenoble I, 1995, hal. 115.
- [4]. M.I.M. Febri, Laporan RUT V.3/42, Tahun I, 1997-1998