

ANALISIS MIKROSTRUKTUR MATERIAL MAGNETIK BERBASIS Nd-Fe-B DAN Sm-Co UNTUK APLIKASI MAGNET PERMANEN HIBRID

Mabe Siahaan

Pusat Teknologi Penerbangan LAPAN

Kawasan LAPAN, Rumpin, Bogor

Email: mabesiahaan@yahoo.co.uk

(Naskah diterima : 02-05-2011, disetujui : 27-05-2011)

ABSTRAK

ANALISIS MIKROSTRUKTUR MATERIAL MAGNETIK BERBASIS Nd-Fe-B DAN Sm-Co UNTUK APLIKASI MAGNET PERMANEN HIBRID. Telah dilakukan preparasi, kajian dan pengamatan mikrostruktur sampel magnet hibrid $\text{SmCo}_5 - \text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ setelah melalui proses preparasi teknik metalurgi serbuk. Dengan mensubstitusi unsur Dy ke dalam Nd-Fe-B maka terbentuk ingot paduan fasa $\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (at.%) dengan $x = 0, 1, 2, 6$ dan 9 , selanjutnya ingot di *mill* untuk menghasilkan serbuk halus (Nd,Dy)-Fe-B dengan ukuran partikel $20-40 \mu\text{m}$. Serbuk Sm-Co dan (Nd,Dy)-Fe-B dicampur dengan perbandingan $80:20$ (wt%). Material tersebut dipadatkan dalam cetakan kemudian diberi siklus perlakuan panas dan sampel yang sangat padat dihasilkan. Telah dihasilkan mikrostruktur material hibrid $(\text{Pr,Nd,Sm,Dy})_2(\text{Fe,Co})_{14}\text{B}$, $(\text{Pr,Nd,Sm,Dy})\text{Co}_5$ setelah tahapan sinter pada temperatur 1150°C dan anil pada temperatur 850°C selama $5\frac{1}{2}$ jam dan diikuti pendinginan cepat kedalam air. Juga telah diamati bahwa "fasa bingkai" mempunyai tipe 1-5 dan 2-14-1 disamping fasa utama 2-14-1 dan 1-5 dalam material hibrid seperti ditunjukkan oleh SEM-EDS, XRF dan XRD. Struktur mikro tersebut sepertinya berpenampilan "unik" karena berbeda dengan struktur mikro material magnet konvensional yang berbasiskan Nd-Fe-B atau Sm-Co. Kesimpulan dari penelitian ini adalah bahwa hibridisasi dua fasa magnetik permanen yang berbeda telah memberikan informasi baru yaitu telah dihasilkannya struktur mikro yang "unik" walaupun fasa-fasa magnetik 1-5 dan 2-14-1 masih tetap dipertahankan sebagai fasa-fasa utama dalam material material hibrid.

ABSTRACT

MICROSTRUCTURE ANALYSIS OF BASED MAGNETIC MATERIAL Nd-Fe-B And Sm-Co For HYBRID PERMANENT MAGNET APPLICATION. The preparation, investigation and observation of microstructure of the $\text{SmCo}_5 - \text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ hybride magnetics sample which after preparation processing by powder metallurgy technique have been done. The element of Dy was substituted into Nd-Fe-B to produces $\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (at%) alloys with $x = 0, 1, 2, 6$ and 9 . The ingots were further ball milled to produce fine powders of (Nd,Dy)-Fe-B in the size range of $20-40 \mu\text{m}$. Both kinds of powders Sm-Co and Nd-Fe-B base were then mixed with ratio $80:20$ (wt%). This materials were compacted in a die, then fully dense compacting samples were obtained after the application of designed heat treatments. It was found that microstructure for hybrid materials consisted of

(Pr,Nd,Sm,Dy)₂(Fe,Co)₁₄B, (Pr,Nd,Sm,Dy)Co₅ obtained after a sintering step at temperature 1150 °C and annealed at a temperature of 850 °C for 5¹/₂ hours and followed by quenching into water. It was also observed that a "frame phase" of 1-5 and 2-14-1 types in addition to the main phase of 2-14-1 and 1-5 in hybride materials as shown by SEM-EDS, XRF and XRD. This kind of microstructure is assumed unique because different with conventional microstructure of sintered Nd-Fe-B or Sm-Co based materials. The conclusion of the current study is that hybridization of two different hard magnetic phases have given new information in that it has produced unique microstructures while the magnetic phases of 1-5 and 2-14-1 still remain as the main phases in hybride materials.

Keyword: Nd-Fe-B, Sm-Co, permanent magnets, sintered magnets, magnetic properties.

PENDAHULUAN

Logam-logam transisi ("Transition Metallic" disingkat dengan TM) seperti besi, cobalt dan nikel adalah bahan dasar bagi kemagnetan. Pengembangan magnet permanen kuat terus dilakukan sehingga ditemukan paduan magnet permanen kuat seperti senyawa antara logam tanah jarang ("Rare Earth Metallic" disingkat dengan RE) dengan TM. Beberapa RE yang potensial mempunyai sifat-sifat magnetik yang unggul adalah Nd, Pr, Sm bila dikombinasikan dengan TM yaitu magnet yang berbasis RE₂-Fe₁₄B dan RE-Co. Magnet permanen berbasis cobalt (RE-Co) terdapat dalam dua bentuk senyawa yang paling unggul dan masih terus diteliti secara berkelanjutan yaitu SmCo₅ dan Sm₂Co₁₇, sementara magnet permanen yang berbasis RE₂-Fe₁₄B terdapat dalam bentuk senyawa Nd₂Fe₁₄B atau Pr₂Fe₁₄B. Fasa RECo₅ mempunyai temperatur Curie yang tinggi, juga magnetisasi spontan (M_s) yang tinggi pada temperatur kamar sehingga dapat menghasilkan fluks *remanen* yang sangat besar. Lodestone dalam bentuk Fe₃O₄ adalah magnet permanen pertama, kemudian magnet carbon steel, Alnico, BaFe₁₂O₁₉, Sm-Fe-N^[1], magnet cobalt platinum^[2], pada dekade berikutnya samarium cobalt (Sm-Co) bentuk senyawa SmCo₅ dan Sm₂Co₁₇^[3]. Mendekati akhir abad 20 ditemukan magnet dalam bentuk senyawa Nd₂Fe₁₄B dan Pr₂Fe₁₄B^[4]. Sistem RE₂Fe₁₄B dapat diproduksi melalui metode sinter sehingga nilai-nilai densitas, magnetisasi dan rapat fluks magnetik yang

tinggi dan porositas dalam magnet dapat di reduksi sehingga lebih tahan terhadap oksidasi sehingga dapat memberikan kekuatan mekanikal yang sangat tinggi^[5].

Temperatur Curie (T_c) dan produk energi maksimum (BH)_{maks}, yang tinggi menyatakan keuntungan sekaligus nilai positif dari magnet permanen. Walaupun demikian, secara umum resistansi magnet – magnet tersebut terhadap oksidasi atau korosi masih rendah sehingga sangat mempengaruhi di dalam aplikasinya. Untuk mengatasi tantangan tersebut di atas maka saat ini telah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh proses oksidasi atau korosi terhadap sifat-sifat magnetik dan strukturmikro magnet fasa – fasa Sm-Co^[6] dan Nd-Fe-B/α-Fe^[7]. Penelitian magnetik SmCo₅, Sm₂Co₁₇ dan Nd₂Fe₁₄B masih terus dilakukan dengan berbagai metode. Adapun, metode yang banyak dilakukan adalah metode metalurgi serbuk dengan mensubstitusi unsur-unsur Zr^[8-10], Ni^[11], Ti^[12], Cr^[13] kedalam fasa Sm₂Co₁₇, dan Co^[14], Ga^[15], Cu, Co^[16], Dy^[17], Pb^[18] kedalam fasa Nd-Fe-B. Jelaslah bahwa usaha untuk meningkatkan baik sifat-sifat fisis maupun magnetik dari paduan fasa-fasa SmCo₅, Sm₂Co₁₇ dan Nd₂Fe₁₄B terus dilakukan. Metode metalurgi serbuk adalah salah satu metode yang digunakan dan disertai substitusi unsur-unsur terhadap fasa-fasa tersebut. Dengan metode ini perlakuan panas sinter dan anil yang diberikan dapat dikontrol. Selain substitusi unsur-unsur, cara lain yang dilakukan adalah cara pencampuran

antara fasa dengan fasa yaitu fasa SmCo₅ dengan fasa Sm₂Co₁₇^[19] dan fasa (Nd,Dy)(Fe,Al)B dengan fasa Nd₃₅Fe_{bal}B dan fasa Dy₂O₃^[20]. Berdasarkan uraian tersebut maka penelitian ini dilakukan dengan metode metalurgi serbuk melalui pencampuran dua fasa magnetik permanen yang berbeda yaitu fasa-fasa SmCo₅ (1-5) dan Nd₁₂Fe₈₂B₆ (2-14-1). Adapun pencampuran yang dilakukan adalah melalui perbandingan berat (wt%) serta jumlah kandungan unsur substitusi Dy yang bervariasi sehingga bentuk formula campuran (80+y)% SmCo₅ + (20-y)% (Nd_{12-x}Dy_x) Fe₈₂B₆ dengan x = 0, 1, 2, 6 dan 9 (at%) dan y = 0, 5 dan 15.

TATA KERJA

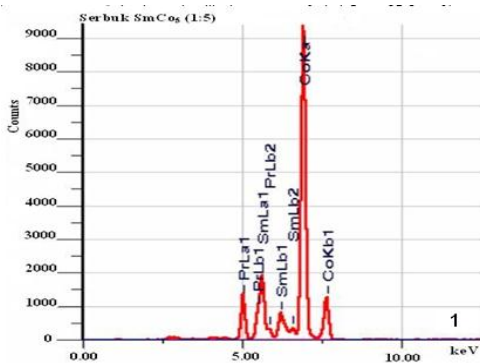
Material serbuk berbasis (Sm,Pr)Co₅ yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk berbasis (Sm,Pr)Co₅ yang ada dipasar (China). Sedangkan material Nd_{12-x}Dy_x) Fe₈₂B₆ dibuat dari ingot Nd (99%), Dy(95%), B(99%) dan serbuk Fe(98%) dimana keempat unsur ini ditimbang sesuai stokiometri kemudian dilebur sehingga dihasilkan paduan Nd_{12-x}Dy_x) Fe₈₂B₆. Selanjutnya paduan Nd_{12-x}Dy_x) Fe₈₂B₆ di milling hingga halus dan terbentuk serbuk Nd_{12-x}Dy_x) Fe₈₂B₆. Metoda serbuk metalurgi adalah metoda yang digunakan dalam penelitian ini, serbuk material magnet dijadikan dalam bentuk sampel padatan muda (*green compact*) berbentuk silinder. Jenis padatan muda yang dibuat adalah hibrida (80+y)% SmCo₅ + (20-y)% (Nd_{12-x}Dy_x) Fe₈₂B₆. Sampel-sampel ini dihasilkan melalui pencetakan di dalam cetakan berbentuk silinder dengan diameter dalam ~ 10 mm, dipadatkan dengan tekanan satu arah sebesar 76-82 MPa. Untuk menghasilkan paduan yang bebas oksida maka *green compact* dimasukkan kedalam tabung kuart dan dilakukan pembersihan dengan gas Argon (kemurnian 95%) sambil divakumkan pada tingkat kevakuman 10⁻³ Torr.

Selanjutnya, dilakukan pemotongan tabung dan kemudian tabung kuart dengan sampel di dalamnya diberi perlakuan panas. Cara lain yang dilakukan untuk mengurangi oksidasi dalam sampel adalah memasukkan sampel padatan muda (*green compact*) ke dalam tabung kuart, dengan atmosfer gas Argon kemudian tabung kuart dengan sampel yang ada di dalamnya diberi perlakuan panas sinter, anil dan diakhiri dengan pendinginan cepat. Sampel fasa hibrid yang sudah dietsa dikarakterisasi melalui pengamatan strukturmikro dengan menggunakan mikroskop elektron mode *scanning* (SEM) dengan EDS (*energy dispersive spectrometer*) untuk tujuan penentuan komposisi mikro fasa yang ada dalam sampel. Studi identifikasi fasa yang terbentuk dilakukan dengan difraktometer sinar-X (XRD) menggunakan radiasi Co-K α . Studi komposisi unsur material dilakukan dengan X-ray *Fluorescence* (XRF).

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Material Berbasis (Sm,Pr)Co₅

Hasil analisis XRF seperti yang ditampilkan dalam Gambar 1 berupa komposisi material berdasarkan fraksi berat atau atom menunjukkan bahwa elemental-elemental penyusun material Sm-Co adalah (Sm_{18,89}Pr_{15,93})Co_{65,2} (wt%) dengan Sm disubstitusi oleh Pr sebesar 15,93 wt % sehingga fraksi Sm = 18,89 wt %, sedangkan fraksi Co = 65,2 wt %. Komposisi mengikuti komposisi stoikiometri SmCo₅ (at%) atau dalam fraksi berat Sm₃₄Co₆₆ (wt%). Adapun kehadiran unsur Pr adalah sebagai substitusi parsial terhadap Sm, banyak dilakukan oleh para peneliti mengingat antara atom Sm dan Pr memiliki sifat fisika dan kimia yang mirip.

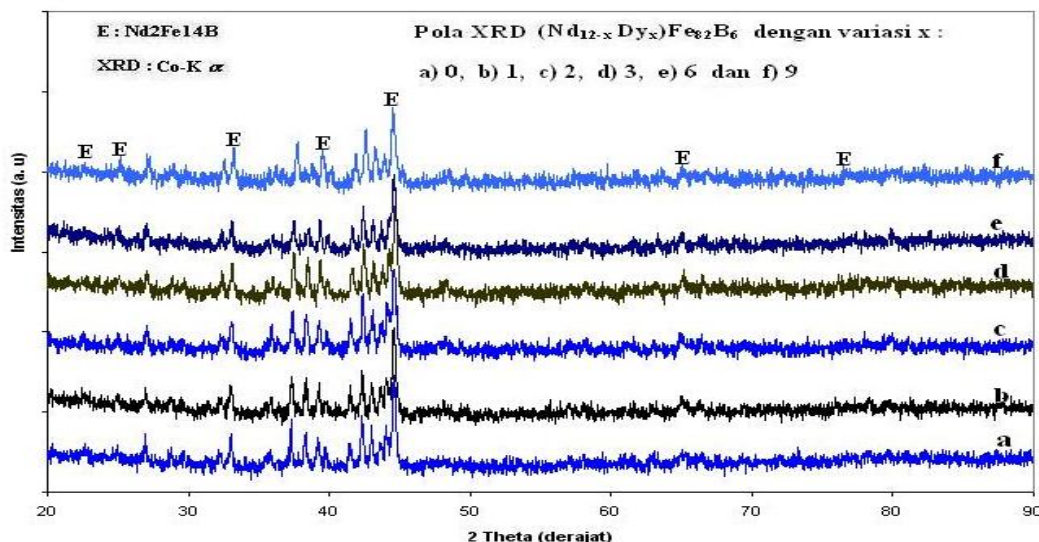


Gambar 1. Spektrum XRF serbuk awal (PrSm)Co₅

Pada Gambar 2 ditampilkan strukturmikro dari magnet sinter Sm-Co yang

terdiri dari fasa utama dan fasa batas butir. Jelaslah dari studi visual ini dimengerti bahwa mikro struktur magnet sinter Sm-Co merupakan material multi fasa.

Hadirnya fasa kedua pada batas butir menandakan bahwa fasa kedua terjadi selama proses pendinginan yang dilakukan. Dengan perkataan lain, pada temperatur anil 850 °C dipastikan material telah memiliki fasa tunggal 1-5 dan pada proses pendinginan benih fasa 2-17 maupun fasa 2-7 masih memiliki waktu yang cukup untuk hadir pada batas butir. Telah sama-sama diketahui bahwa fasa butir merupakan tempat kehadiran yang paling baik bagi fasa kedua.



Gambar 3. Pola difraksi sinar - X paduan (Nd_{12-x}Dy_x)Fe₈₂B₆ (as-cast) dengan variasi x: a) 0, b) 1, c) 2, d) 3, e) 6 dan f) 9.

2. Material Berbasis (Nd_{12-x}Dy_x)Fe₈₂B₆

Hasil kajian (J. D. Livingston) menunjukkan bahwa semua logam tanah jarang (*Rare Earth* disingkat RE) dapat membentuk keluarga isomorphous RE₂Fe₁₄B [5]. Oleh karena itu substitusi Dy terhadap Nd adalah sangat mungkin terjadi ke dalam fasa magnetik Nd₂Fe₁₄B. Adapun tujuan substitusi Dy adalah untuk meningkatkan nilai medan anisotropi (H_a) dari fasa RE₂Fe₁₄B sebagaimana hasil

pengukuran H_a terhadap kristal tunggal Dy₂Fe₁₄B telah dilakukan oleh J. D. Livingston, fasa ini memiliki medan anisotropi tertinggi dari semua logam tanah jarang yang ada. Peneliti lain yang telah mengamati pengaruh substitusi unsur Dy terhadap fasa RE₂Fe₁₄B antara lain adalah C. L. Harland et. al [21] yang menyatakan bahwa peningkatan koersivitas yang terjadi mempengaruhi medan anisotropi dalam fasa RE₂Fe₁₄B, oleh karena itu medan

anisotropi (H_a) fasa $Dy_2Fe_{14}B$ sangat besar dibandingkan dengan medan anisotropi (H_a) fasa $Nd_2Fe_{14}B$. Jadi jelaslah dapat difahami serangkaian material dengan komposisi $(Nd_{12-x}Dy_x)Fe_{82}B_6$ (at%) untuk $x \geq 0$ dibuat untuk maksud agar diperoleh fasa magnetik 2-14-1 dengan medan anisotropi yang relatif tinggi dibandingkan dengan fasa $Nd_2Fe_{14}B$ sendiri. Dengan perkataan lain, penggunaan unsur Dy terhadap material berbasis (Nd,Dy)-Fe-B bertujuan untuk memperbaiki koersivitas material atau sebagai kompensasi terhadap pengaruh fasa-fasa lunak yang berperan sebagai sumber magnetisasi balik. Substitusi parsial Dy terhadap Nd pada system (Nd,Dy)-Fe-B terbukti tidak menyebabkan perubahan fasa sebagaimana dapat dilihat dalam serangkaian hasil pengukuran XRD terhadap seluruh komposisi yang ada. Hasil ini dicantumkan dalam Gambar 3 yaitu pola difraksi sinar-X dari 6 komposisi berbeda. Ke enam pola difraksi dari material memperlihatkan pola difraksi yang sama yaitu pola difraksi fasa $Nd_2Fe_{14}B$ (2-14-1), tidak ada fasa lain yang teridentifikasi dalam pola difraksi ini. Tentu saja seharusnya terdapat pergeseran puncak-puncak difraksi sebagai konsekuensi substitusi oleh atom Dy. Namun mengingat kedua jenis atom ini memiliki perbedaan jari-jari atom yang relatif kecil sehingga pergeseran puncak difraksinya tidak terlihat, kecuali bila dilakukan suatu kajian yang sistematis tentang pengaruh substitusi unsur Dy terhadap perubahan parameter kisi.

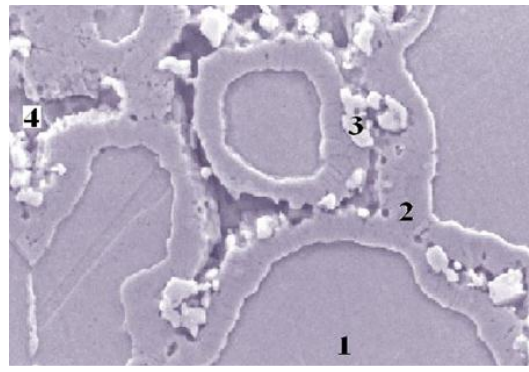
1. Material Hibrid $(80+y)\%(Sm,Pr)Co_5 + (20-y)\%(Nd_{12-x}Dy_x)Fe_{82}B_6$

Material hibrid yang dipreparasi adalah material hibrid dengan fraksi berat yang bervariasi sehingga didapat bentuk formula material hibrid yaitu $(80+y)\%(Sm,Pr)Co_5 + (20-y)\%(Nd_{12-x}Dy_x)Fe_{82}B_6$ dengan $x = 0, 1, 2, 6$ dan 9 (at%) dan $y = 0, 5$ dan 15 . Sampel ini menjalani perlakuan panas dengan atmosfer aliran gas argon (Ar). Hasil identifikasi dengan XRD terhadap material awal hasil hibridisasi

antara material berbasis Sm-Co dan Nd-Fe-B dengan $x = 0$ dan $y = 0$ yang menjalani perlakuan panas tanpa atmosfer aliran gas Ar menunjukkan bahwa selain fasa oksida, juga terbentuk puncak fasa 2-17 yang merupakan puncak terkuat kedua setelah puncak fasa oksida kemudian diikuti oleh fasa 2-14-1^[22]. Struktur mikro yang terjadi dari hasil proses hibridisasi kedua material dengan basis fasa magnetik yang berbeda tersebut dapat dikatakan memiliki morfologi yang "unik" terutama pada masing-masing fasa utama dari masing-masing sistem dikelilingi oleh "bingkai" dengan tebal bingkai dapat dikatakan memiliki ukuran yang bertambah jelas terhadap waktu anil. Ketebalan "bingkai" bervariasi antara $3\frac{1}{2}$ - $6 \mu m$. Hasil analisis EDS memperlihatkan distribusi komposisi atom-atom penyusun mengalami sedikit variasi untuk logam transisi Fe maupun Co, hal yang hampir sama juga telah terjadi pada logam tanah jarang logam tanah jarang yaitu Pr, Nd serta Sm. Dengan perkataan lain, secara umum hasil analisis EDS terhadap sampel hibrid menghasilkan komposisi material $RE_{44,13}TM_{55,87}$ (wt %). Jadi jelaslah komposisi material hibrid baik sebelum maupun sesudah hibridisasi tidak mengalami perubahan yang berarti. Hal ini memang diharapkan demikian karena baik sebelum maupun sesudah proses pembentukan material hibrid diharapkan tidak ada massa yang hilang. Namun tentu tidak demikian halnya, berdasarkan hasil inspeksi secara seksama dari hasil analisis titik seperti yang disajikan dalam Gambar 4 dapat diringkaskan komposisi mikro material hibrid sebagai berikut: untuk titik (1) adalah $RE_{44,59}TM_{55,41}$ (wt %), titik (2) adalah $RE_{49,69}TM_{50,31}$ (wt %), titik (3) adalah $RE_{98,82}TM_{1,18}$ (wt %) dan titik (4) adalah $RE_{77,94}TM_{22,06}$ (wt %). Melihat kepada hasil ringkasan komposisi mikro di atas dapatlah diambil suatu pemahaman umum bahwa komposisi titik (1) adalah merupakan komposisi utama material yang terdiri dari senyawa RE-TM dengan fraksi RE 44-45 dan fraksi TM 56-55 atau ratio antara

RE/TM~0,78-0,82 dimana ratio semacam ini mendekati ratio dari fasa 1-5 yaitu RE / Tm~0,5 dalam hal ini RE adalah Sm dan TM adalah Co. Komposisi mikro pada titik (2) menunjukkan fraksi fasa memiliki kandungan RE sedikit lebih banyak, dengan demikian fraksi TM lebih kecil dibanding pada titik (1). Dengan fakta ini penelitian meyakinkan bahwa antara fasa utama titik (1) dan fasa "bingkai" (titik 2) memiliki jenis fasa yang sama yaitu fasa 1-5, namun dengan distribusi logam tanah jarang yang berbeda yaitu pada titik (1) kandungan fasa 1-5 kaya dengan Sm. Berdasarkan interpretasi hasil analisis EDS ini dapat diperkirakan mekanisme atomik yang terjadi selama proses perlakuan panas yaitu terjadi interdifusi substitusi antara sesama logam tanah jarang dan antara logam transisi. Pada proses interdifusi substitusi sesama logam tanah jarang kelihatannya difusivitas atom Pr berlangsung lebih cepat dibanding logam Sm dan Nd. Hal ini boleh jadi dikarenakan ukuran atom Pr (nomor atom 59) relatif kecil bila dibandingkan dengan atom Sm (nomor atom 62) dan atom Nd (nomor atom 60). Dalam hal ini atom-atom Pr adalah matrik RECo_5 terutama bagian dalam kristal yang berdifusi menuju konsentrasi yang lebih rendah melalui batas butir. Oleh karena pada batas butir terdapat diskontinuitas keteraturan susunan atom pada kristal maka atom-atom Pr yang berdifusi keluar mengalami hambatan. Dalam waktu yang sama atom-atom Nd yang ada sebagai tetangga fasa 1-5 berdifusi ke matrik 1-5 dan memerlukan waktu untuk menempuh jarak sepanjang ukuran kristal fasa 1-5. Sebagai konsekuensi proses difusi ini dihasilkan konsentrasi atom Nd pada daerah "bingkai" relatif tinggi dibandingkan bagian dalam. Hal ini dapat diketahui dari meningkatnya konsentrasi atom Nd pada titik (1) sejalan dengan bertambahnya waktu anil. Untuk atom-atom logam transisi (Fe dan Co), kedua jenis atom ini memiliki ukuran atom relatif sama. Selain itu telah diketahui bahwa antara kedua atom ini dapat membentuk larutan padat substitusi pada sistem Fe-Co.

Hal ini menunjukkan bahwa interdifusi antara logam transisi berjalan secara random, tidak terdapat indikasi kecenderungan dalam hal difusivitas antara logam Fe dan Co. Komposisi mikro baik titik (3) maupun titik (4) untuk keseluruhan sampel memperlihatkan daerah ini mengandung fraksi RE relatif tinggi, terutama pada titik (3) kandungan RE dapat mencapai lebih dari 95 wt%. Boleh jadi daerah titik (3) ini merupakan senyawa RE-oksida.

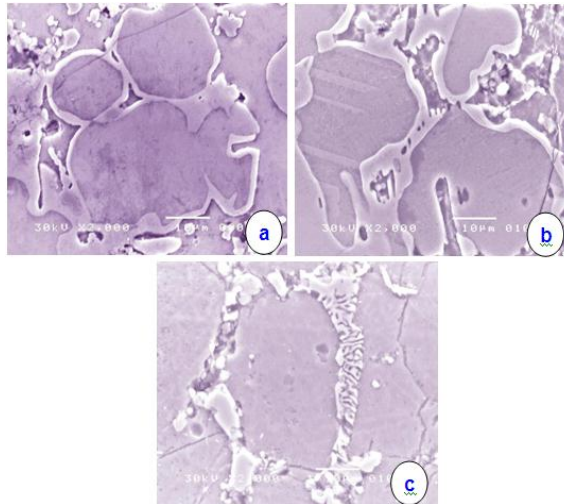


Gambar 4. Foto mikro paduan hibrid $(80+y)\%$ $(\text{Sm,Pr})\text{Co}_5$ + $(20-y)\%$ $(\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x)\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ untuk nilai $x=y=0$, diberi perlakuan panas * sinter pada temperatur 1150 °C dan anil pada temperatur 850 °C dengan variasi waktu anil 5¹/₂ jam

Sebagaimana diketahui bahwa logam tanah jarang sangat rentan terhadap oksidasi. Berdasarkan data analisis "titik" dari EDS ini dapatlah disimpulkan bahwa sebagai implikasi dari proses hibridisasi melalui proses sinter dan anil meskipun fasa utama 1-5 dapat dipertahankan eksistensinya di dalam material, namun telah terjadi suatu proses interdifusi antara logam tanah jarang dan logam transisi. Proses interdifusi ini telah melahirkan suatu struktur mikro yang "unik" ditandai munculnya fasa "bingkai" dengan struktur fasa 1-5 tetapi kaya dengan atom Pr. Sampel magnet hibrid yang menjalani perlakuan panas dalam atmosfer aliran gas Ar dengan nilai x dan y yang bervariasi telah dihasilkan seperti yang

ditunjukkan dalam Gambar 5. Secara umum bentuk morfologi mikrostruktur menunjukkan bentuk butir (matrik) dan batas butir ("bingkai") yang lebih bersih dari fasa oksida dibandingkan dengan struktur mikro hibrid tanpa aliran gas Ar. Ukuran batas butir dan butir yang dihasilkan bervariasi antara 1 – 6 μm antara 15 – 25 μm . Hasil ini diprediksi

karena proses interdifusi yang terjadi antara logam tanah jarang dalam material telah berlangsung dengan baik sehingga "fasa bingkai" dihasilkan dalam material hibrid. Selain itu pada jenis material hibrid (untuk $y = 5$) telah terbentuknya fasa lain yaitu mirip dengan dendrit dalam material hibrid seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 5b.



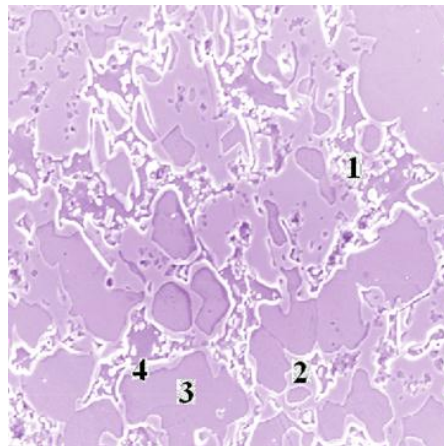
Gambar 5. Foto mikro paduan hibrid $(80+y)\%$ $(\text{PrSm})\text{Co}_5+(20-y)\%$ $(\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x)\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ yang menjalani *sintering* pada temperatur 1150 °C dan anil pada temperatur 850 °C dalam atmosfer aliran gas Ar untuk $x = 1$ dan y bervariasi : a) $y = 0$, b) $y = 5$ dan c) $y = 15$

Terbentuknya fasa dendrit tersebut dapat diinterpretasikan sebagai fasa yang memiliki komposisi berbeda dengan fasa "bingkai", oleh karena itu fasa ini adalah merupakan embrio untuk menjadi fasa bingkai yang baru dan akhirnya memiliki komposisi yang sama dengan fasa "bingkai" yang terlebih dulu terbentuk. Hal ini juga dipertegas dimana fasa dendrit tersebut muncul atau tumbuh dari fasa bingkai yang telah dihasilkan, dengan demikian jelaslah bahwa fasa dendrit ini memiliki komposisi yang berbeda dengan fasa bingkai yang sudah terbentuk dan akhirnya terbentuk fasa bingkai bila waktu *annealing*nya diperpanjang. Fasa dendrit juga terbentuk pada material hibrid dengan $y = 15$ seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 5c. Analisis total dengan EDS terhadap material

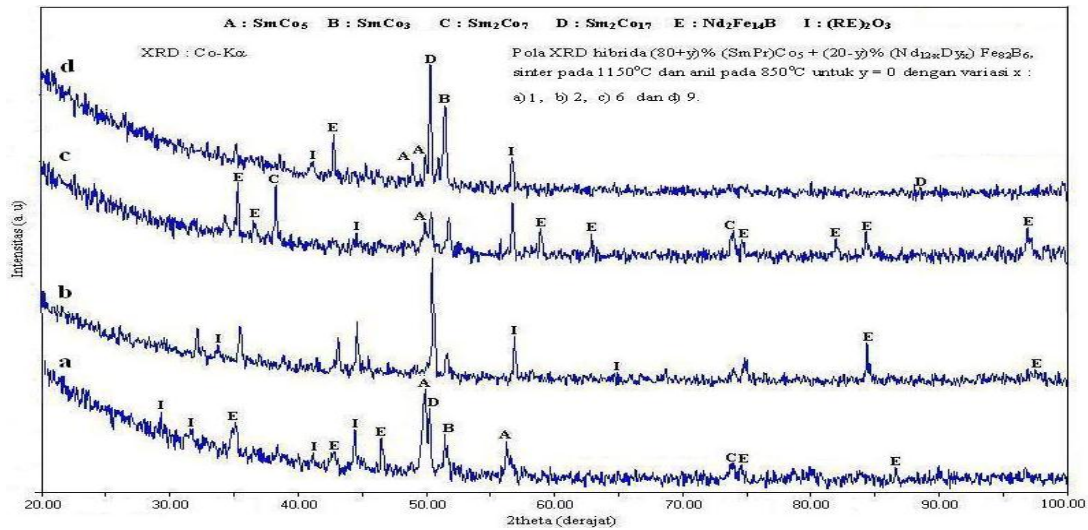
menunjukkan bahwa logam transisi yang dikandung dalam material hibrid adalah Fe = 13,68 (wt%) dan Co = 40,6 (wt%) sedangkan logam tanah jarang adalah Pr = 18,54 (wt%), Nd = 2,71 (wt%), Sm = 24,02 (wt%) dan Dy = 0,45 (wt%). Dengan menjumlahkan logam-logam sejenis yang terdapat dalam material maka komposisi analisis total yang dihasilkan adalah $\text{RE}_{45,72}\text{TM}_{54,28}$ (wt%), komposisi ini adalah merupakan komposisi fasa SmCo_3 . Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi penurunan kandungan Co dan peningkatan kandungan Pr dan Sm dalam proses interdifusi antara logam transisi dengan logam tanah jarang, antara sesama logam tanah jarang dimana atom Nd digeser oleh atom Pr juga telah terjadi karena terjadinya difusi. Walaupun demikian, secara umum

analisis titik untuk setiap jenis material hibrid menunjukkan bahwa komposisi mikro yang dihasilkan dalam masing-masing titik adalah : titik (1) $RE_{33,25}TM_{66,75}$ (wt%), titik (2) $RE_{44,84}TM_{55,16}$ (wt%), titik (3) $RE_{26,87}TM_{73,13}$ (wt%) dan titik (4) $RE_{28,49}TM_{71,51}$ (wt%) seperti yang ditampilkan dalam Gambar 6. Hasil ini menyatakan bahwa komposisi yang terbentuk pada titik (1) dan titik (2) adalah komposisi fasa 1-5, fasa 1-3 sedangkan titik (3) dan titik (4) adalah fasa 2-14-1. Untuk memastikan hasil analisis tersebut maka sampel yang sama diidentifikasi fasanya dengan XRD dimana puncak-puncak spektrum terkuat dan

paling dominan yang dihasilkan adalah milik fasa 1-5 dan fasa 2-14-1, selain itu puncak yang relatif kuat lainnya juga hadir dalam pola XRD dan berperan sebagai fasa minor dengan bentuk fasa 1-3, 2-17 dan RE-oksida. Jadi jelaslah bahwa hasil analisis total maupun titik yang dihasilkan sesuai dengan dalam sampel dengan difraksi sinar-X, seperti yang ditampilkan dalam Gambar 7. Dalam pola difraksi sinar-X tersebut ditunjukkan bahwa puncak-puncak spektrum terkuat dan paling dominan yang dihasilkan adalah milik fasa 1-5.



Gambar 6. Foto mikro paduan hibrid $(80+y)\%(\text{PrSm})\text{Co}_5 + (20-y)\%(\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x)\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ yang menjalani *sintering* pada temperatur $1150\text{ }^\circ\text{C}$ dan anil pada temperatur $850\text{ }^\circ\text{C}$ dalam atmosfer aliran gas Ar: untuk $x=1$ dan $y=0$



Gambar 7. Pola difraksi sinar-X paduan hibrid $(80+y)\%(\text{PrSm})\text{Co}_5 + (20-y)\%(\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x)\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ yang menjalani *sintering* pada temperatur 1150 °C dan anil pada temperatur 850 °C dalam atmosfer aliran gas Ar untuk $y = 0$ dengan x yang bervariasi : a) 1, b) 2, c) 6 dan d) 9.

SIMPULAN

Dari seluruh rangkaian penelitian dalam preparasi material magnet berbasis Sm-Co, Nd-Fe-B dan hibrid (Sm-Co+Nd-Fe-B) yang dilakukan maka dapat dibuat kesimpulan sebagai berikut :

Magnet permanen berbasis fasa 1-5 telah dihasilkan, baik studi XRD maupun visual dengan SEM menunjukkan fasa 1-5 telah terbentuk dengan cukup baik meskipun ada indikasi hadirnya fasa oksida sebagai konsekuensi kurang sempurnanya preparasi sampel terutama pada proses perlakuan panas yang diberikan. Magnet permanen berbasis fasa 2-14-1 dengan bentuk komposisi $(\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x)\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ untuk nilai x yang bervariasi yaitu $x = 0, 1, 2, 3, 6$ dan 9 telah dihasilkan. Studi XRD menunjukkan fasa yang dihasilkan adalah 2-14-1 walaupun unsur Dy disubstitusi ke dalam fasa 2-14-1. Dengan demikian substitusi Dy terhadap Nd pada fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (2-14-1) tidak merubah pola difraksi sinar-X. Hibridisasi antara fasa Sm-Co den

Nd-Fe-B dengan bentuk formula $(80+y)\%(\text{Sm,Pr})\text{Co}_5 + (20-y)\%(\text{Nd}_{12-x}\text{Dy}_x)\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan perbandingan wt% yang bervariasi yaitu $y = 0, 5$ dan 15 serta substitusi unsur Dy yang bervariasi yaitu $x = 1$ telah dihasilkan. Hasil tersebut memperlihatkan bahwa proses perlakuan panas yang diberikan menyebabkan interdifusi antar sesama logam tanah jarang dan antar logam transisi yang berasal dari masing-masing fasa utama. Interdifusi umumnya terjadi pada daerah tepi butir sehingga terbentuk fasa "bingkai" yang mengitari butir. Dengan demikian, paduan hibrid terdiri dari inti (*core*) yang disebut matrik memiliki fasa utama 1-5 atau fasa utama 2-14-1 yang dilingkupi oleh fasa $(\text{RE})(\text{TM})_5$ atau fasa $(\text{RE})_2(\text{TM})_{14}\text{B}$ sebagai fasa "bingkai". Selain fasa-fasa tersebut ditemukan juga fasa RE-oksida dalam sampel yang merupakan konsekuensi kurang inertnya atmosfer pada sampel. Bilamana matrik dan "bingkai" memiliki fasa yang sama yaitu sama-sama fasa 1-5 atau 2-14-1, maka komposisi mikro fasa "bingkai" secara umum memiliki

kandungan logam tanah jarang yang lebih banyak yaitu (1,5-3,5) wt% dibanding fasa matrik, oleh karena itu fasa "bingkai" mempunyai posisi yang lebih tinggi dibanding fasa matrik. Dengan demikian apa yang dimaksud dengan "unik" adalah fasa "bingkai" telah dihasilkan dalam paduan hibrid.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. D. GOLL AND H. KRONMULLER, (2000), "High – performance permanent magnets", *Naturwissenschaften* 87 423-438
- [2]. ROBERT C. O'HANDLEY, (2000), "Modern magnetic materials principles and applications", Jhon Wiley & Sons, Inc.,
- [3]. KARL J. STRNAT, (1972), "The Hard-Magnetic Properties of Rare Earth-Transition Metal Alloys", *Intermag Conference* 511-515.
- [4]. J.F.HERBST AND W.B. YELON, (1986), " Preferential site occupation and magnetic structure of $Nd_2(Co_xFe_{1-x})_{14}B$ systems", *Journal of Applied Physics* 60(12) 4224-4229.
- [5]. E.P. WOHLFARTH, K. H. J. BUSCHOW ,(1988), "Ferromagnetic Materials", Vol.4, Elsevier Science Publishers B. V. 3,.
- [6]. S. KARDELKY, A. GEBERT, O. GUTFLEISCH, V. HOFFMANN, L. SCHULTZ, (2005), "Prediction of the oxidation behaviour of Sm – Co – based magnets", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 290-291 1226-1229.
- [7]. M. RADA, J. LYUBYA, A GEBERT, O.GUTFLEISCH, L. SCHULTZ, (2005), "Corrosion behavior Of Nd-Fe-B/ α -Fe nanocomposite magnet", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 290-291 1251-1254.
- [8]. G. C. HADJIPANAYIS, (1984), "Magnetic hardening in Zr-substituted Sm_{17} rare-earth permanent magnets", *Journal of Applied Physics* 55(6) 2091-2093.
- [9]. A. LEFEVRE, M. TH. COHEN-ADAD, B.F. MENTZEN, (1997), "Structural effect of Zr substitution in the Sm_2Co_{17} phase", *Journal of Alloys and Compounds Materials* 2156 207-212
- [10]. H. TANG, Y. LIU, D.J. SELLMYER, (2002), "Nanocrystalline $Sm_{12.5}(Co,Zr)_{87.5}$ magnets : synthesis and magnetic properties", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 241 345-356.
- [11]. W.TANG, Y. ZHANG, AND G. C. HADJIPANAYIS, (2002), "Effect of Ni substitution on the microstructure and coercivity of $Sm(Co_{bal}Fe_{0.1}Ni_yZr_{0.04})_{8.5}$ ", *Journal of Applied Physics* 91(10) 7896-7898
- [12]. WENQUAN WANG, YU YAN, HANMIN JIN, (2003), "Influence of Ti substitution on the structure and magnetic properties of Sm_2Co_{17} ", *Physica B* 328) 372-376.
- [13]. B. FUQUAN, J.L. WANG, O. TEGUS, W. DAGULA, N. TANG, W.Q. WANG, F.M. YANG, E. BRUCK, F.R DE BOER, K.H.J. BUSCHOW, (2004), "Magnetic Properties of $Sm_2Co_{17-x}Cr_x$ ($0 \leq x \leq 3.0$) compounds", *Journal of Alloys and Compounds* xxx xxx-xxx.
- [14]. R.S. MOTTRAM, A.J. WILLIAMS, I.R. HARRIS, (2000), "Blending additions of cobalt to $Nd_{16}Fe_{76}B_8$ milled powder to produce sintered magnets", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 217 27-34.
- [15]. WEN-HAO CHENG, WEI LI, CHUAN-JIAN LI, SHENG-ZHI DONG, (2001), "The magnetic properties, thermal stability and microstructure of Nd-Fe-B/Ga sintered magnets prepared by method", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 234 274-278.
- [16]. R.S. MOTTRAM, A.J. WILLIAMS, I.R. HARRIS, (2001), "The effects of

- blending additions of copper and cobalt to Nd₁₆Fe₇₆B₈ milled powder to produce sintered magnets*”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 234, hal. 80-89.
- [17]. A.M. GABAY, Y. ZHANG, G.C. HADJIPANAYIS, (2002), “*Effect of very small additions on the coercivity of Dy-free Nd-Fe-(Co)-B-sintered magnets*”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 238
- [18]. W. KASZUWARA, M LEONOWICZ, (2002), “*NdFeB- α Fe nanocomposite containing small additions of Pb*”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 242-245 1366-1368.
- [19]. A Yan, A Bollero, O Gutfleisch and K-H Muller, “*Microstructure and magnetic properties of two-phase exchange-coupled SmCo₅/Sm₂(Co, M)₁₇ (M = Fe, Zr, Cu) nanocomposites*”, Journal of Physics D: Applied Physics 35 (2002) 835-838.
- [20]. W. KAPPEL1, MIRELA – MARIA CODESCU1, D. POPA , (2004), “*The influence of the postsintering treatment on the magnetic properties for (Nd,Dy)(Fe,Al)B permanent magnets*”, Romanian Reports in Physics 56 (3) 399-403
- [21]. C.L. HARLAND H. A. DAVIES, (1998), “*Magnetic properties of melt-spun Nd-rich NdFeB alloys with Dy and Ga*”, Journal of Alloys and Compounds 281 37-40
- [22]. MABE SIAHAAN DAN AZWAR MANAF, (2005), “*Proses preparasi pembentukan struktur mikro fasa magnet hibrida (Sm,Pr,Nd)(Fe,Co)₅ melalui cara metallurgi serbuk*”, Berkala Fisika, Vol. 8, No. 4