

## PENGHALUSAN BUTIR FASA MAGNETIK $\text{SmCo}_5$ DENGAN *VIBRATION BALL MILL* UNTUK PEMBUATAN KRISTAL BERSKALA NANOMETER

E. Handoko<sup>1</sup> dan A. Manaf<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika FMIPA - UNJ

Jl. Pemuda No.10 Rawamangun, Jakarta 13220

<sup>2</sup>Departemen Fisika, FMIPA - UI

Kampus UI Depok 16424

### ABSTRAK

**PENGHALUSAN BUTIR FASA MAGNETIK  $\text{SmCo}_5$  DENGAN *VIBRATION BALL MILL* UNTUK PEMBUATAN KRISTAL BERSKALA NANOMETER.** Telah dilakukan proses penghalusan material magnet  $\text{SmCo}_5$  dengan *Vibration Ball Mill* menghasilkan serbuk berukuran nanometer. Ukuran serbuk awal yang digunakan adalah 50  $\mu\text{m}$  sampai dengan 60  $\mu\text{m}$  terdiri dari material fasa tunggal  $\text{SmCo}_5$  sebagai material dasar untuk magnet permanen. Perbandingan antara massa serbuk dan massa bola adalah 1 : 10 dan proses penghalusan dilaksanakan dalam atmosfer miskin oksigen. Ditemukan bahwa serbuk halus hasil proses sangat reaktif sehingga preparasi material ke dalam bentuk padatan muda (*green compact*) harus dilakukan dalam ruangan atmosfer argon. Berdasarkan hasil pengukuran kristal dengan analisis pelebaran puncak difraksi sinar-x diperoleh suatu penurunan ukuran kristal yang sangat signifikan dan sistematik dengan bertambahnya waktu penghalusan. Pada waktu penghalusan selama 20 jam diperoleh ukuran kristal rata-rata ~6,0 nm. Pola difraksi dari sampel magnet menggunakan serbuk sangat halus ini meskipun telah menjalani tahapan perlakuan panas masih tetap memperlihatkan fasa tunggal  $\text{SmCo}_5$ . Dengan demikian proses penghalusan dan preparasi yang telah dilakukan pada penelitian ini dapat digunakan untuk pembuatan magnet permanen Sm-Co dengan ukuran kristal berskala nanometer.

**Kata kunci :** Penghalusan, nano kristalin,  $\text{SmCo}_5$ , *vibration ball mill*, magnet permanen

### ABSTRACT

**GRAIN REFINEMENT OF  $\text{SmCo}_5$  MAGNETIC PHASE WITH NANO-SCALE CRYSTALS BY A *VIBRATION BALL MILL*** Grain refining process for production of  $\text{SmCo}_5$  powder materials with nano size has successfully done by means of vibration ball milling. Initial size of feedstock which identified as single phase  $\text{SmCo}_5$  materials was 50-60  $\mu\text{m}$  which usually used for fabrication of permanent magnets. The ratio between weight of powders and balls was 1:10 and the refining processes were carried out in an inert atmosphere. It was found that the very fine powders resulted from processing route very reactive and therefore the preparation towards green compact sample should be carried out in an argon atmosphere. Furthermore, the average crystallite size as evaluated by line broadening analysis of x-ray diffraction peaks for the phase was reduced progressively with longer milling times. The size of as low as ~ 6.0 nm was found in the sample experienced refining for 20 hrs. In spite of heat treatments that applied to the fine powders, XRD trace of materials remain indicating a single phase  $\text{SmCo}_5$  material. It is concluded that the overall steps in the preparation may be applied for the preparation of  $\text{SmCo}_5$  nanocrystalline permanent magnets.

**Key words :** Refinement, nanocrystalline,  $\text{SmCo}_5$ , vibration ball mill, permanent magnets

### PENDAHULUAN

Pengembangan material magnet permanen yang berbasis logam tanah jarang (*rare earth*) dan logam transisi (*metal transition*) untuk mencapai sifat kemagnetan yang lebih tinggi terus dilakukan oleh banyak peneliti bahan magnet. Pembentukan struktur berukuran nanometer telah menjadi fokus dalam pengembangan material magnet untuk mencapai nilai optimal serta memberikan peluang sebagai bahan magnet kelas baru yang lebih unggul [1-3]

Baru-baru ini, metode pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) dengan *High-Energy Ball Mill* dan pengerasan secara cepat (*rapid solidification*) *melt spinning*, telah diterapkan dalam mensintesis magnet permanen yang memiliki struktur berukuran nanometer [4-5]. Magnet permanen yang memiliki struktur berskala nanometer merupakan fenomena dalam pengembangan bahan magnet untuk mendapatkan paduan (*alloy*) magnet dengan

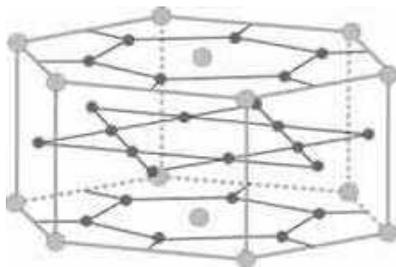
komposisi baru yang memiliki sifat kemagnetan yang lebih unggul.

Salah satu cara untuk meningkatkan sifat kemagnetan yang optimal dapat dilakukan dengan membuat magnet komposit dengan struktur nanometer yang terdiri dari campuran dua fasa magnet keras dan magnet lunak. Sebagai contoh untuk mencapai peningkatan remanen dan koersivitas yang signifikan dari magnet keras berbasis  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  diperlukan ukuran butir rata-rata fasa utama kurang dari 20 nm [3] dan fraksi volume dari magnet lunak sampai dengan 40%. Penambahan Zr juga dapat meningkatkan produk energi maksimum (BHmax) untuk dua fasa nano komposit  $(\text{Nd,Dy,Zr})_2(\text{Fe,Co,Zr})_{14}\text{B}/\text{Fe}$  [6,7]. Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Z.Wang, et.al.[8] untuk magnet  $(\text{Nd,Dy})_2(\text{Fe,Nb})_{14}\text{B}/\text{Fe}$  memberikan nilai remanen 1,02 T, koersivitas intrinsik 702 kA m<sup>-1</sup> dan produk energi maksimum (BHmax) sebesar 134 kJ m<sup>-3</sup>. Di samping itu hasil penelitian yang telah dilakukan untuk paduan magnet  $(\text{SmCo}_5)_{1-x}(\text{Fe}_x)$  dengan ukuran butir 10 nm sampai dengan 20 nm serta perlakuan panas pada 873 K terjadi peningkatan remanen secara signifikan dengan meningkatnya Fe serta menurunnya nilai koersivitas. Produk energi maksimum juga dicapai sebesar 105,8 kJ m<sup>-3</sup> untuk  $(\text{SmCo}_5)_{0,75}\text{Fe}_{0,25}$ .

Dalam penelitian ini akan dilakukan proses penghalusan serbuk magnet  $\text{SmCo}_5$  untuk mendapatkan ukuran kristal berskala nanometer sebagai tahap awal dalam pembuatan magnet permanen berstruktur nanometer dan juga memberikan alternatif dalam proses sintesis magnet permanen berstruktur nanometer untuk pengembangan penelitian bahan magnet yang akan datang.

## TEORI

Paduan logam tanah jarang (*rare earth alloys*) adalah grup campuran intermetalik yang terdiri dari satu atau lebih logam transisi 3d (T) dengan elemen-elemen grup tanah jarang (R). Kemagnetan dari paduan tersebut adalah hasil dari interaksi (*coupling*) antara momen-momen magnet T dan R. *Alloy* biner dari tanah jarang secara umum mempunyai bentuk  $\text{R}_2\text{T}_{17}$ ,  $\text{RT}_5$  atau  $\text{R}_2\text{T}_7$ . Dimana R dapat dimungkinkan dari unsur-unsur tanah jarang seperti Ce, Pr, Nd, Sm, dan Y. Paduan  $\text{SmCo}_5$  sejauh ini lebih baik dari kemungkinan yang lainnya.



Gambar 1. Bentuk struktur fasa  $\text{SmCo}_5$  berupa heksagonal.

Pada Gambar 1. menunjukkan struktur heksagonal dari  $\text{SmCo}_5$  dan tipe  $\text{CaCu}_5$ .  $\text{SmCo}_5$  ditemukan dengan mempunyai sumbu mudah yang kuat dari anisotropi magnetik dan meningkatkan sifat-sifat kemagnetannya. Medan magnet sumbu banyak (*uniaxial*) HA antara 250 MA.m<sup>-1</sup> sampai dengan 440 MA.m<sup>-1</sup> sedangkan nilai konstanta anisotropi K1 antara 11 MJ.m<sup>-3</sup> sampai dengan 20 MJ.m<sup>-3</sup>. Magnetisasi jenuh untuk fasa  $\text{SmCo}_5$  adalah 1,14 T dan memberikan nilai optimal dari energi maksimum (BHmax) 259 KJ.m<sup>-3</sup>. Perhitungan densitas kristal 8,591 g.cm<sup>-3</sup> yang bersesuaian dengan hasil pengukuran yaitu 8,580 g.cm<sup>-3</sup>. Suhu *curie* memiliki nilai yang tinggi yaitu mendekati 700 °C[9].

## METODE PERCOBAAN

Metode penghalusan partikel berukuran nanometer dalam penelitian ini adalah metode mekanik dengan menggunakan *Vibration Ball Mill* (VBM) yang memiliki ukuran vial diameter 120 mm dan tinggi 40 mm dan memiliki bola baja yang sudah dikeraskan (*hardened steel ball*) sebanyak 10 bola dengan berat masing-masing 28 g serta diameter 12 mm sebagaimana terlihat pada Gambar 2. Serbuk awal  $\text{SmCo}_5$  dengan ukuran partikel 50 m sampai dengan 60 m disiapkan dengan perbandingan berat 1 : 10 terhadap berat total bola dan kemudian dilakukan proses penghalusan dalam suasana bebas oksida (*inert*) selama 0 jam; 7 jam; 14 jam; dan 20 jam.



Gambar 2. Vial dan bola baja yang digunakan untuk proses penggerusan dalam suasana *inert* dengan menggunakan VBM.

Proses preparasi serbuk hasil penghalusan dalam suasana miskin oksigen (*inert*) terus dipertahankan sampai dengan proses pengukuran Hasil pengukuran dengan XRD dan SEM dilakukan untuk menganalisis struktur dan melihat bentuk serta ukuran butiran (*grain*).

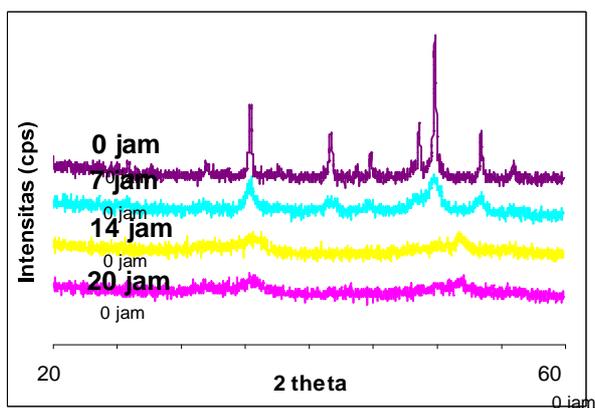
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penghalusan serbuk magnet  $\text{SmCo}_5$  dengan VBM dengan waktu 0 jam; 7 jam; 14 jam; dan 20 jam dilakukan pengukuran dengan XRD. Hasil pengukuran XRD (Gambar 2 dan Gambar 5) dilakukan dengan sudut  $2\theta$  antara 20° sampai dengan 60° dan didapatkan bentuk

pola yang berbeda untuk setiap variasi waktu penghalusan.

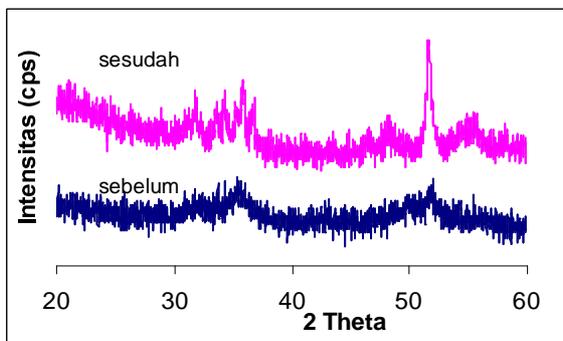
Pada Gambar 2 terlihat bahwa terjadi penurunan intensitas dan pelebaran puncak intensitas pada grafik XRD untuk waktu penghalusan yang semakin lama. Hal ini menandakan proses penghalusan telah terjadi dengan semakin kecilnya ukuran serbuk. Penggerusan dengan VBM cukup efektif untuk membuat partikel dari serbuk magnet  $\text{SmCo}_5$  menjadi ukuran partikel kristal yang jauh lebih kecil dari ukuran serbuk semula yaitu 50 m sampai dengan 60 m. Proses secara mekanik yang terjadi pada saat penghalusan berupa gerak bola yang digetarkan oleh motor dengan putaran yang cukup tinggi mengakibatkan terjadinya benturan bola dengan bola dan bola dengan *vial* sehingga penghalusan serbuk kristal magnet terjadi.

Identifikasi fasa yang dilakukan terhadap semua data XRD dilakukan dengan menggunakan perbandingan data literatur pada ICDD. Fasa  $\text{SmCo}_5$  teridentifikasi secara dominan sebagai fasa mayoritas dan  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  sebagai fasa minoritas.



Gambar 3. Grafik hasil pengukuran dengan XRD untuk serbuk dengan variasi waktu penggerusan 0 jam; 7 jam; 14 jam; 20 jam.

Fasa oksida yang diprediksi berupa  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  tidak ditemukan. Ini menjelaskan bahwa proses penghalusan dan preparasi serbuk dalam suasana miskin oksigen dapat menjaga serbuk magnet yang reaktif terhadap oksida bebas dari terbentuknya oksida.

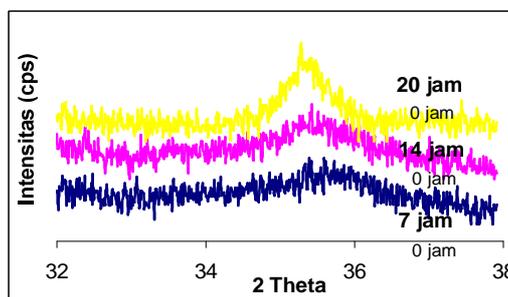


Gambar 4. Grafik pengukuran XRD sebelum dan sesudah perlakuan panas untuk serbuk hasil penggerusan selama 20 jam

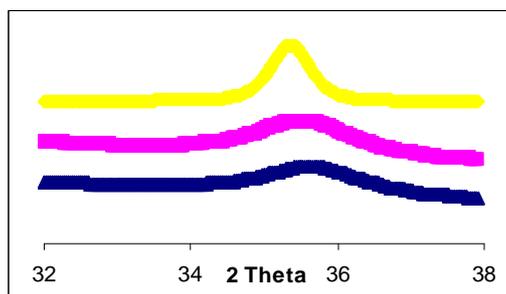
Kristalisasi dilakukan dengan memberikan perlakuan panas sampai dengan suhu dimana fasa  $\text{SmCo}_5$  dapat dipertahankan yakni 1150 °C selama 40 menit dalam suasana *inert* dan didinginkan cepat dalam air.

Dari perlakuan panas yang dilakukan telah berhasil mengembalikan fasa  $\text{SmCo}_5$  sebagai fasa mayoritas sebagaimana terlihat pada Gambar 4. Hasil identifikasi fasa tidak terlihat fasa oksida. Ini membuktikan bahwa proses perlakuan panas berlangsung dalam suasana *inert*.

Proses *fitting* data XRD pada interval sudut 32° sampai dengan 38° dari puncak  $\text{SmCo}_5$  dilakukan dengan menggunakan program APD Phillips dari hasil pengambilan data XRD dengan metode *point counting* seperti terlihat pada Gambar 5.



(a)



(b)

Gambar 5. (a). Data XRD yang dihasilkan dengan metode *point counting*. (b). Hasil *fitting*.

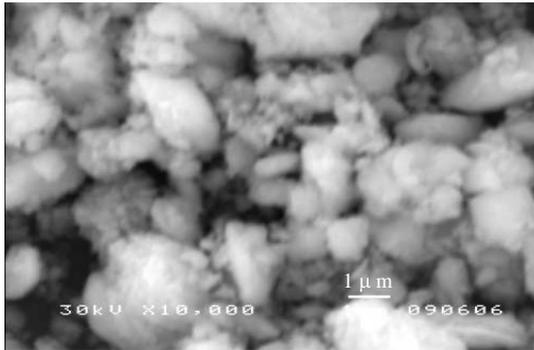
Perhitungan ukuran partikel kristal rata-rata dilakukan dengan metode analisis pelebaran puncak difraksi sinar-x diperoleh suatu penurunan ukuran kristal yang sangat signifikan dan sistematik dengan bertambahnya waktu penghalusan. Analisis pelebaran puncak difraksi sinar-x yang dilakukan pada interval sudut 32° sampai dengan 38° (Gambar 5) yang teridentifikasi sebagai fasa  $\text{SmCo}_5$  (lihat Tabel 1)

Tabel 1. Hasil perhitungan ukuran partikel kristal rata-rata.

No	Sampel	Waktu Penghalusan (jam)	Ukuran partikel kristal rata-rata (nm)
1	$\text{SmCo}_5$	7	16,0
2	$\text{SmCo}_5$	14	7,0
3	$\text{SmCo}_5$	20	6,0

Hasil perhitungan ukuran rata-rata partikel kristal  $\text{SmCo}_5$  diperoleh untuk variasi waktu penghalusan yang berbeda untuk data XRD pada Gambar 5. yaitu 16,0 nm untuk waktu penggerusan 7 jam, 7,0 nm untuk 14 jam, dan 6,0 nm untuk waktu penggerusan 20 jam.

Ukuran rata-rata partikel kristal yang telah dicapai sampai pada skala nanometer ini dapat dikonfirmasi dengan hasil SEM untuk serbuk yang telah dilakukan penggerusan selama 20 jam sebagaimana terlihat pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Hasil foto mikro dengan SEM serbuk kristal  $\text{SmCo}_5$  dengan waktu penghalusan 20 jam.

Dari foto mikro yang diperoleh dengan SEM dapat terlihat bahwa serbuk kristal magnet  $\text{SmCo}_5$  telah mencapai ukuran nanometer. Partikel mengalami penggumpalan dimana partikel-partikel kristal magnet merekat satu dengan yang lain sehingga membentuk seperti partikel baru yang berukuran rata-rata kurang dari 1 μm.

## KESIMPULAN

Hasil penghalusan pada serbuk material magnet  $\text{SmCo}_5$  yang memiliki ukuran awal 50 μm sampai dengan 60 μm dengan menggunakan *Vibration Ball Mill* (VBM) telah terjadi proses mekanik sehingga serbuk magnet mengalami reduksi pada ukuran partikel sampai pada skala nanometer dengan ukuran rata-rata serbuk kristal 6,0 nm untuk waktu penghalusan 20 jam. Selama proses penghalusan kondisi bebas oksida dapat dipertahankan sehingga serbuk tidak mengalami proses oksidasi. Hasil fotomikro dengan SEM memperlihatkan bahwa serbuk kristal yang berukuran rata-rata skala nanometer mengalami penggumpalan membentuk partikel-partikel yang berukuran kurang dari 1 μm. Perlakuan panas pada 1150°C selama 40 menit suasana *inert* dan didinginkan cepat dalam air, fasa  $\text{SmCo}_5$  dapat dipertahankan dan bebas dari fasa oksida. Hasil ini sangat memungkinkan untuk dikembangkan sintesis material magnet permanen yang memiliki struktur berskala nanometer.

## DAFTARACUAN

- [1]. E.F. KNELLER, R. HAWIG, *IEEE Trans. Magn.*, **27** (1991) 3588
- [2]. R. SKOMSKI, *J. Appl. Phys.* **76** (1994) 7059
- [3]. T. SCHREFL, J. FIDLER, H. KRONMULLER, *Phys. Rev. B*, (49) (1994) 6100
- [4]. J. DING, P.G. MCCORMICK, R. STREET, *J. Magn. Mater.*, **135** (1994) 200
- [5]. P.A.I. SMITH, P.G. MCCORMICK, R. STREET, *Mater. Sci. Forum*, **527** (1995) 179-181
- [6]. M. JURCZYK, S.J. COLLOCOTT, J.B. DUNLOP, P.B. GWAN, *J. Phys. D* (29) (1996) 2284
- [7]. T. YONEYAMA, H. NAKAMURA, K. ANAN, A. NISHIUCHI, A. FUKUNO, *IEEE Trans. Magn.*, **26** (1990) 1963
- [8]. Z. WANG, M. ZHANG, F. LI, S. ZHOU, R. WANG, W. GONG, *J. Appl. Phys.*, **81** (1997) 5097
- [9]. J. STRNAT, *Ferromagnetic Materials*, **4** Ed. E.P. WOHLFARTH and K.H. BUSCHOW, North Holland, Amsterdam, (1988) 131-209