

Studi Sifat Magnetik Material Magnet Sinter Nd-Fe-B (Erfan Handoko)

## STUDI SIFAT MAGNETIK MATERIAL MAGNET *SINTER* Nd-Fe-B

Erfan Handoko<sup>1</sup> dan Azwar Manaf<sup>2</sup>

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

Jl. Pemuda No.10 Rawamangun, Jakarta 13220

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

Kampus Baru Depok, Depok 16424

### ABSTRAK

**STUDI SIFAT MAGNETIK MATERIAL MAGNET *SINTER* Nd-Fe-B.** Telah dilakukan studi sifat kemagnetan terhadap magnet isotrop komposisi  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$  yang dibuat dengan teknik metalurgi serbuk. Pembuatan sampel magnetik dilakukan dengan variasi waktu penggerusan yaitu 5 detik, 10 detik, 60 detik, 300 detik, dan 600 detik dalam suasana *inert* dan diperoleh ukuran butir rata-rata setelah proses perlakuan panas yaitu 1,55  $\mu m$ , 1,48  $\mu m$ , 1,14  $\mu m$ , 0,93  $\mu m$ , dan 0,63  $\mu m$  yang diukur dengan metode *intercept* (Heyne). Proses pembuatan bakalan dengan diameter 10 mm dan tekanan 31,8 MPa. Bakalan tersebut disinter dan dianil dalam suasana *inert* dalam tabung *quartz* dengan suhu 1080 °C dan 600 °C selama masing-masing 1 jam. Pendinginan secara cepat dalam air (*water quench*) setelah *sinter* telah berhasil mempertahankan fasa magnetik  $Nd_2Fe_{14}B$  sebagai fasa utama berdasarkan identifikasi data difraksi sinar-X dan foto mikro. Kemungkinan adanya fasa-fasa lain seperti fasa yang kaya akan Nd (Nd-rich), fasa yang kaya akan B ( $NdFe_4B_4$ ), dan fasa oksida  $Nd_2O_3$ . Fasa oksida banyak terdapat untuk sampel dengan waktu penggerusan yang cukup lama yaitu 300 detik dan 600 detik, sehingga sifat-sifat kemagnetan yang terukur sangat rendah. Pengukuran sifat kemagnetan menggunakan *VSM* untuk sampel yang dipelajari bahwa koersivitas dan remanen terbesar adalah 834 kA/m dan 0,62 T diperoleh untuk magnet isotrop dengan waktu penggerusan selama 60 detik.

**Kata kunci :** Magnet *sinter* Nd-Fe-B, *milling*, metode *intercept* (Heyne)

### ABSTRACT

**STUDIES OF MAGNET MAGNETIC SINTERED Nd-Fe-B.** Magnetic studies on isotropy magnets with composition of  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$  that were made by Powder Metallurgy Route have been done. These magnetic samples were prepared by various milling time 5 sec, 10 sec, 60 sec, 300 sec, and 600 sec in inert condition and obtained mean grain size after heat treatment are 1.55  $\mu m$ , 1.48  $\mu m$ , 1.14  $\mu m$ , 0.93  $\mu m$ , and 0.63  $\mu m$  which were measured by intercept method (Heyne). Bulks were prepared with diameter 10 mm, pressing 31.8 MPa. These bulks were sintered and annealed in vacuum in silica quartz with temperatures 1080°C and 600°C for each 1 hour. Water quenching after sintering had formed magnetic main phase  $Nd_2Fe_{14}B$  according to X-ray diffraction data identifying and micro photos. Possibility of presence of other phase is like Nd-rich, B-rich, ( $NdFe_4B_4$ ) and  $Nd_2O_3$  phase. Some oxide phase  $Nd_2O_3$  can be found in samples with longer milling time 300 sec and 600 sec, so magnetic properties measurement use Vibrating Sample Magnetometer (VSM) for samples under studied, it is found that the maximum coercivity of 834 kA/m and remanence of 0.62 T for isotropy magnetic sample with milling time for 60 sec.

**Key words :** Sintered magnet Nd-Fe-B, *milling*, intercept (Heyne) method

### PENDAHULUAN

Bahan magnetik logam tanah jarang RE-TM-B (RE = *Rare Earth*; TM = *Transition Metals* B = boron) telah menambah dimensi baru dalam perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi terutama pada bidang magnet permanen. Fasa magnetik dari bahan magnetik logam tanah jarang yang masih menjadi perhatian serius oleh kalangan peneliti sampai dewasa ini adalah  $Nd_2Fe_{14}B$ , tidak saja dikarenakan fasa magnetik ini memiliki sifat intrinsik yang berpotensi menjadi magnet permanen dengan *maximum energy product*,  $(BH)_{max}$

yang tinggi tetapi juga dikarenakan lebih dari 80 % fasa magnetik ini dibangun dari atom Fe yang ketersediaan materialnya di bumi melimpah dan dapat diperoleh dengan mudah dan harga yang murah. Fasa magnetik  $Nd_2Fe_{14}B$  dengan demikian menjadi sangat prospektif baik dari aspek ilmiahnya maupun aspek pengembangan industri.

Dibandingkan dengan fasa-fasa magnetik yang telah dikembangkan sebelumnya seperti Ferit, Alnico, Sm-Co dan lainnya fasa magnetik  $Nd_2Fe_{14}B$  memiliki

magnetisasi total tertinggi yaitu  $\sim 1,6$  T dan juga medan anisotropi  $H_A$  relatif besar  $\sim 6800$  kA/m meskipun dengan suhu Curie yang tidak terlalu tinggi sebesar  $\sim 300^\circ\text{C}$  [1].

Bahan magnet permanen dalam industri saat ini adalah produk teknologi yang banyak pemakaiannya dan pemanfaatannya, misalnya pada motor, generator, aktuator, loudspeaker dan mikropon. Kualitas bahan magnet permanen dicirikan oleh antara lain besarnya produk energi maksimum  $(BH)_{\max}$  yaitu energi yang menunjukkan besarnya densitas energi magnet yang terkandung pada magnet. Tingginya nilai  $(BH)_{\max}$  juga berarti efisiensi penggunaan volume material magnet yang tidak memerlukan ukuran yang besar sehingga sepadan dengan kecenderungan teknologi modern dimana miniaturisasi menjadi prioritas.

Proses fabrikasi magnet permanen yang telah digunakan pada skala industri antara lain adalah proses konvensional metalurgi serbuk (*Powder Metallurgy*) [1] untuk magnet keramik ferit, Sm-Co, Nd-Fe-B dan proses penuangan (*casting*) untuk Alnico dan baja, meskipun masih terdapat beberapa proses alternatif yang digunakan dalam skala laboratorium untuk tujuan penelitian. Sejak tahun 1984, proses fabrikasi magnet permanen logam tanah jarang disamping menggunakan proses konvensional, juga telah diterapkan proses pendinginan cepat atau *rapid solidification* [2] yang memiliki kelebihan antara lain dapat menghasilkan mikrostruktur material dengan skala nanometer [2, 3].

Dalam publikasi ini dibicarakan proses pembuatan magnet Nd-Fe-B melalui teknik konvensional metalurgi serbuk, terutama memahami struktur mikro magnet melalui observasi dengan mikroskop dan analisis fasa dengan difraktometer sinar-x sebagai implikasi penerapan langkah-langkah teknik metalurgi serbuk. Efek lamanya waktu penghalusan terhadap material Nd-Fe-B dalam tahapan proses metalurgi serbuk untuk memperoleh serbuk berbagai ukuran dibicarakan bersama hasil evaluasi sifat kemagnetan.

## METODE PERCOBAAN

*Master alloy* dengan komposisi nominal  $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$  (at. %) berupa *ingot* diproduksi oleh Johnson Matthey Rare-Earth Products, Johnson Matthey PLC digunakan sebagai material dasar untuk pembuatan magnet permanen *sinter* (*sintered permanent magnets*). Potongan-potongan paduan (*alloy*) dipecah secara manual menjadi berukuran 5 milimeter sampai dengan 10 milimeter. Pecahan alloy Nd-Fe-B dengan ukuran tersebut kemudian dihaluskan dengan *disc mill* Kawasaki dalam suasana vakum sampai tekanan  $\sim 10^{-5}$  Torr. Proses penghalusan ini hanya mampu menghasilkan serbuk berukuran paling halus kurang dari  $38 \mu\text{m}$  yaitu berdasarkan hasil penyaringan dengan penyaring (*Shieve Shaker*) berukuran  $38 \mu\text{m}$ . Ukuran serbuk yang lebih halus dapat diperoleh melalui proses *ball milling*. Selanjutnya, serbuk-serbuk halus tersebut dimasukkan

dalam suatu cetakan berbentuk silinder berdiameter  $\sim 10$  mm dan pemadatan serbuk diperoleh dengan cara penekanan menggunakan penekan hidrolik *Shimadzu* berkapasitas 60 ton. Dalam preparasi sampel untuk kasus ini digunakan tekanan sebesar  $31,8 \text{ N.mm}^{-2}$  atau setara dengan aplikasi beban sebesar  $\sim 2,5$  ton. Tahapan ini menghasilkan padatan muda atau *green compact*.

Bakalan (*green compact*) dimasukkan ke dalam pipa *quartz* dan divakum sampai tekanan  $\sim 10^{-5}$  Torr untuk menghindari proses oksidasi pada bakalan ketika proses *sinter* dilakukan. Padatan yang telah dalam suasana vakum selanjutnya mengalami proses *sinter* dalam *furnace* agar lebih keras, padat, kuat, dan densitas yang tinggi. Suhu *sinter* adalah  $1080^\circ\text{C}$  selama 1 jam dimana pada suhu ini memungkinkan terbentuknya fasa-fasa yang diinginkan [3].

Pendinginan setelah proses *sinter* dilakukan dengan pendinginan cepat dalam air (*water quench*) untuk mempertahankan fasa-fasa yang terbentuk. Bakalan (sampel) yang telah *disinter* selanjutnya dianil dalam *furnace* dengan suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah proses *anil* bakalan didinginkan sampai suhu kamar di udara dan dikeluarkan dari pipa *quartz*. Padatan dibentuk sesuai dengan keperluan untuk tujuan pengukuran dan pengujian.

Analisis fasa baik dalam bentuk serbuk maupun sampel magnet dilakukan dengan alat XRD (*X-Ray Diffractometer*) *Philips* PW 1877 dengan radiasi sinar-X adalah  $\text{CuK}\alpha$ , beroperasi pada tegangan 40 kV serta arus generator sebesar 30 mA. Difaksi sinar-X mendeteksi mulai dari sudut  $(2\theta)$   $20^\circ$  sampai dengan  $110^\circ$ . Sifat kemagnetan dari sampel magnet isotrop dengan ukuran dievaluasi dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (*VSM*) di *Departement Materials Science, National University of Singapore*. *VSM* yang dilengkapi dengan medan luar 9 T dan hasil pengukuran berupa *loop* histerisis.

Data hasil pengukuran dengan *VSM* untuk setiap kenaikan medan magnet luar direkam dan kemudian digambarkan dengan bantuan komputer. Pada *loop* histerisis dari berbagai sampel dapat diturunkan sifat-sifat kemagnetan seperti koersivitas, remanen, dan produk energi maksimum. Observasi struktur mikro dilakukan dengan mikroskop setelah semua sampel dietsa dengan  $(\text{HNO}_3)$  3 % selama kurang lebih 10 menit.

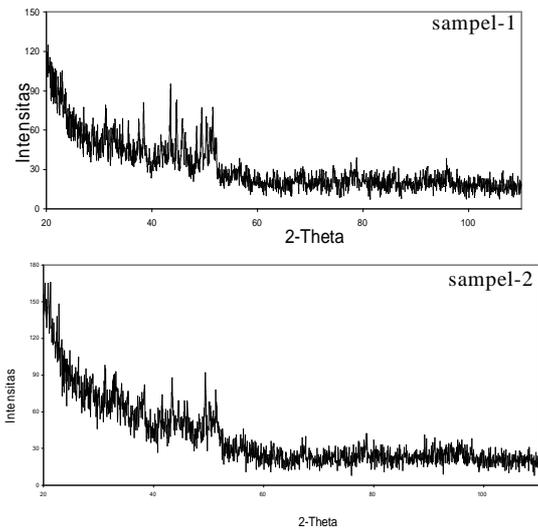
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Tabel 1. diringkaskan sampel magnet *sinter* yang dipersiapkan dari serbuk alloy Nd-Fe-B pasca penghalusan dengan *disc mill* untuk berbagai lama waktu penghalusan agar diperoleh ukuran butir yang bervariasi. Semua serbuk lolos saring berukuran  $38 \mu\text{m}$  dan semua sampel magnet menjalani perlakuan panas yang sama.

Gambar 1. memperlihatkan hasil pengukuran dengan difraksi sinar-X material dasar  $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$  dalam

Tabel 1. Sampel-sampel yang dilakukan pengamatan struktur mikro

Kode sampel	Waktu penggerusan	Penyaring ( $\mu\text{m}$ )	Temperatur dan waktu sinter	Temperatur dan waktu anil
S-0	5 det	38	1080 °C / 1 jam	600 °C / 1 jam
S-1	10 det	38	1080 °C / 1 jam	600 °C / 1 jam
S-2	60 det	38	1080 °C / 1 jam	600 °C / 1 jam
S-3	300 det	38	1080 °C / 1 jam	600 °C / 1 jam
S-4	600 det	38	1080 °C / 1 jam	600 °C / 1 jam



Gambar 1. Pola difraksi sampel magnet dengan kode S-1 dan S-2

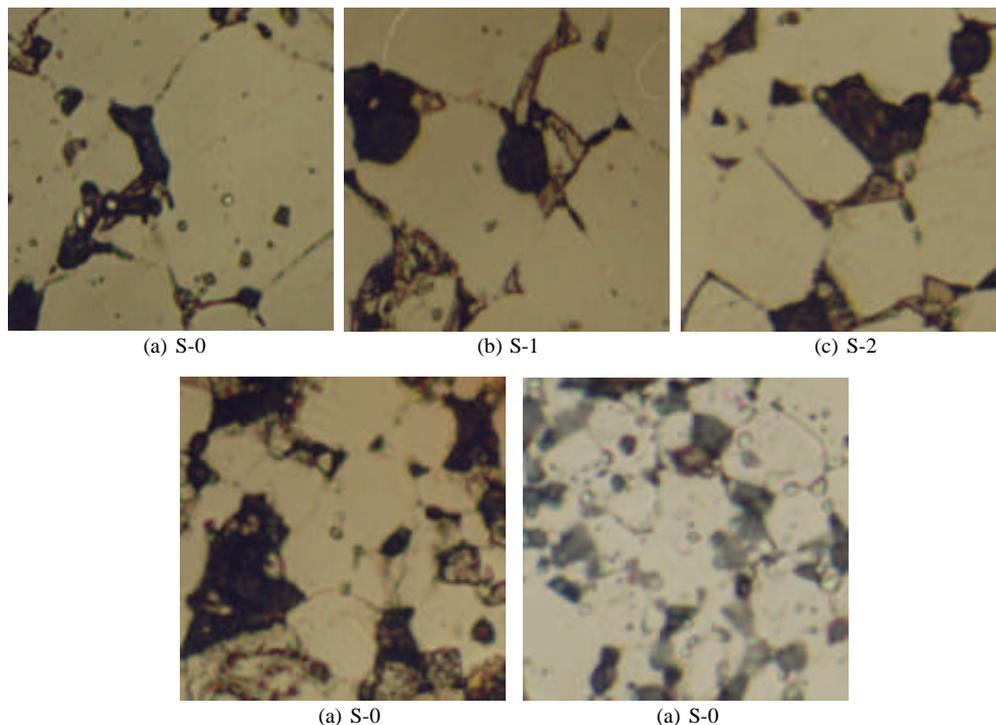
bentuk padatan dari serbuk hasil penghalusan selama 60 detik (kode sampel S-1) dan 300 detik (kode sampel S-2).

Kedua sampel memberikan pola difraksi yang sama yaitu pola difraksi dari fasa  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  [4]. Fasa  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  merupakan fasa utama material sistem Nd-Fe-B dan harus dapat dipertahankan meskipun material menjalani berbagai perlakuan bila akan dimanfaatkan sebagai bahan untuk magnet permanen.

Dalam kasus ini, kedua sampel yaitu S-1 dan S-2 masing-masing telah menjadi perlakuan panas berupa sintering pada suhu 1080 °C dan *annealing* pada suhu 600 °C selama 1 jam. Hasil pengukuran XRD ini memastikan bahwa selama menjalani proses pemanasan suhu tinggi tersebut tidak menyebabkan baik transformasi fasa maupun oksidasi dan telah sesuai dengan tujuannya, kecuali terjadi perubahan fisik magnet dari *green compact* menjadi padatan dengan densitas maksimum mendekati bebas pori. Hal ini bisa terjadi karena proses pemanasan dilaksanakan dalam suasana miskin oksigen dan dalam atmosfer yang kaya dengan gas Argon.

Material sistem Nd-Fe-B, disamping memiliki fasa stabil  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  sebagai fasa utama, masih terdapat terdapat fasa-fasa lain di sekitar batas butir fasa utama seperti fasa yang kaya akan Nd atau  $\text{Nd}_2\text{FeB}_3$  (at.%) dan fasa yang kaya akan B atau  $\text{NdFe}_4\text{B}_4$  (at.%) terutama pada *alloy* Nd-Fe-B dengan komposisi *off stoichiometri* seperti  $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$  (at.%) [2]. Namun fraksi kedua fasa tambahan tersebut relatif kecil dan umumnya tidak terdeteksi oleh difraksi sinar-X.

Gambar 2 memperlihatkan fotomikro dari lima sampel magnet *sinter* yang dipersiapkan dari serbuk hasil penghalusan dengan waktu yang berbeda (lihat Tabel 1). Dari fotomikro tersebut dapat dilihat dengan

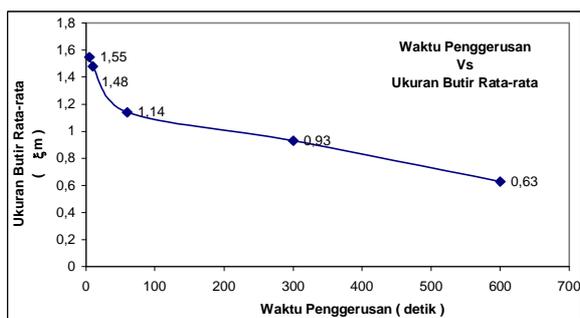


Gambar 2. Fotomikro sampel magnet *sinter* kode S-0, S-1, S-2, S-3 dan S-4

cukup jelas fasa utama magnet *sinter* serta batas butir (*grain boundary*). Disamping fasa utama juga terlihat adanya fasa lain terutama hadir pada batas butir dan pertemuan 3 atau lebih butir utama. Fasa tambahan tersebut diduga adalah fasa kedua dari sistem Nd-Fe-B dapat berupa fasa kaya Nd dan fasa kaya B sebagai konsekuensi dari komposisi yang tidak *stoichiometri* sebagaimana telah dijelaskan di atas. Secara visual kelima sampel magnet tersebut memiliki ukuran fasa utama yang berbeda. Secara kualitatif terlihat adanya penurunan ukuran rata-rata butir fasa utama yang progresif dengan meningkatnya waktu penghalusan. Bila dibandingkan antar ke lima fotomikro di atas, sampel S-0, S-1 dan S-2 memiliki strukturmikro yang lebih bersih dapat diinterpretasikan bebas fasa oksida dibandingkan dengan sampel S-3 dan S-4 meskipun kedua sampel magnet terakhir memiliki ukuran rata-rata butir relatif lebih halus.

Berdasarkan evaluasi penentuan ukuran butir rata-rata menggunakan metode metalografi *Intercept* (Heyne)[3], dapat diketahui penurunan ukuran rata-rata butir terhadap waktu penghalusan sebagaimana yang diperlihatkan pada Gambar 3. Peningkatan waktu penghalusan serbuk dari 5 detik menjadi 600 detik telah menurunkan ukuran rata-rata butir dari 1,55  $\mu\text{m}$  menjadi 0,63  $\mu\text{m}$  yaitu mendekati ukuran partikel berdomain tunggal (0,30  $\mu\text{m}$  untuk Nd-Fe-B)[5]. Waktu penghalusan yang relatif pendek ini ~600 detik sebenarnya cukup menguntungkan mengingat selama proses penghalusan material rentan terhadap oksidasi.

Ukuran butiran rata-rata yang diperoleh memungkinkan untuk meningkatkan koersivitas intrinsik dan untuk memperoleh ukuran butir partikel berdomain tunggal (*single domain particle*) yaitu 0,3  $\mu\text{m}$ , tentunya dengan waktu penggerusan yang lebih lama. Waktu penggerusan lebih lama juga dapat menimbulkan masalah yang merugikan sifat kemagnetan magnet, karena ukuran serbuk hasil proses penyerbukan semakin mudah teroksidasi. Hal ini terjadi karena luas permukaan serbuk yang semakin besar dan menurut teori bahwa semakin luas permukaan pada serbuk maka energi yang dimilikinya dalam keadaan tidak stabil sehingga mudah membentuk fasa oksida serta sifat serbuk yang sangat reaktif dan mudah terbakar. Untuk memperkecil atau



Gambar 3. Hubungan waktu penggerusan dan ukuran butir rata-rata fasa utama dari magnet *sinter* Nd-Fe-B

menghindari terjadinya oksidasi harus dilakukan proses pembuatan dalam keadaan *inert*.

Fotomikro sampel magnet sebagaimana diperoleh dalam studi ini sangat mirip dengan fotomikro magnet *sinter* Nd-Fe-B yang dapat dilihat dari publikasi para peneliti sebelumnya [2,6] terutama untuk sampel dengan kode S-0, S-1 dan S-2, kecuali dalam penelitian ini fotomikro sampel magnet *sinter* memiliki ukuran rata-rata butir utama relatif lebih besar. Perlu disadari bahwa strukturmikro magnet sangat menentukan kualitas dari magnet permanen, baik keterlibatan fasa-fasa yang hadir dalam magnet maupun homogenitas ukuran butir dan ukuran butir fasa utamanya sendiri.

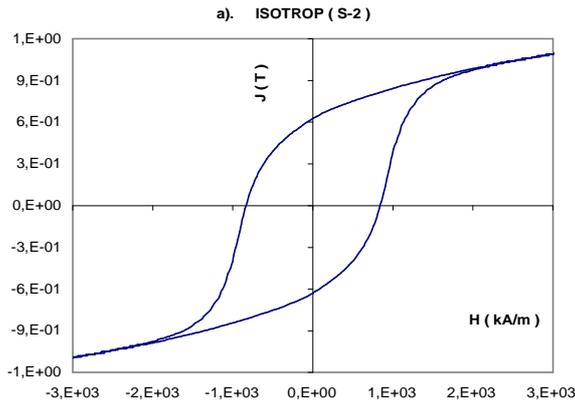
Pada Tabel 2 diringkas hasil pengukuran dimensi magnet *sinter* Nd-Fe-B yang dipelajari serta densitas dihitung berdasarkan penimbangan berat sampel dan volume sampel. Pada Tabel 2 tersebut juga ditampilkan nilai rata-rata ukuran butir fasa utama dari magnet. Hasil pada Tabel 2 tidak memperlihatkan korelasi langsung antara densitas magnet dan ukuran rata-rata butir fasa utama. Hal ini bisa dikarenakan densitas magnet juga ditentukan oleh fraksi fasa-fasa yang hadir dalam sampel seperti fasa kedua sistem Nd-Fe-B dan fasa oksida. Nilai densitas teoritik dari fasa  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  adalah 7,6 g/mL [7] bisa diperoleh dari material Nd-Fe-B dengan komposisi *stoichiometry* dan bebas pori.

Tabel 2. Sampel-sampel yang diukur dengan VSM

Kode sampel	Ukuran butir rata-rata ( $\mu\text{m}$ )	Ukuran (mm)			Densitas (gr/cc)
		p	l	t	
S-0	1,55	5.3	5.2	1.3	6,76
S-2	1,14	5.02	4.79	0.81	6,53
S-3	0,93	4.78	4.35	1.21	6,27
S-4	0,63	6.03	5.98	1.23	6,73

Dalam studi ini komposisi yang digunakan adalah  $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$  (at.%) berdasarkan hitungan memiliki fraksi fasa utama ~ 94 % atau setara dengan densitas teoritik sebesar 7,14 g/mL. Jadi dengan lebih rendahnya nilai densitas sampel magnet yang dibuat dalam studi ini bisa juga menunjukkan tidak optimalnya jumlah fraksi fasa utama dari magnet *sinter* disamping kehadiran pori. Pori pada sampel merugikan sifat kemagnetan terutama koersivitas karena pori dapat berperan sebagai fasilitator nukleasi medan balik. Fraksi fasa kedua atau non magnetik seperti fasa kaya Nd dan kaya B serta fasa oksida dapat merugikan remanen atau magnetisasi sisa.

Evaluasi sifat-sifat kemagnetan antara lain koersivitas,  $H_c$ , remanen,  $B_r$  dan produk energi maksimum,  $(BH)_{\text{max}}$  dapat diturunkan dari *loop* histeresis dengan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* seperti ditunjukkan pada Gambar 4. Sifat kemagnetan dari 4 (empat) sampel magnet Nd-Fe-B yang dibuat dalam penelitian ini telah diringkas pada Tabel 3.



Gambar 4. Loop histeris sampel magnet  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$

Pada Gambar 4 ditunjukkan loop histerisis dari sampel magnet isotrop. Hasil pengukuran sifat kemagnetan magnet permanen  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$  untuk semua sampel (S-0 sampai dengan S-4) diringkaskan pada Tabel 3.

Tabel 3. Sifat kemagnetan magnet permanen  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$  hasil evaluasi dengan VSM

Kode sampel	Br (T)	iHc (kA / m)	(BH) <sub>max</sub> (kJ / m <sup>3</sup> )
S-0	0,56	380	39,20
S-2	0,62	834	71,46
S-3	0,38	104	9,89
S-4	0,42	111	11,73

Nilai remanen (Br) untuk sampel S-0, S-2, S-3 dan S-4 terjadi penurunan yang sangat signifikan. Nilai koersivitas (iHc) terjadi peningkatan yang cukup besar yaitu 380 kA/m menjadi 834 kA/m untuk sampel S-0 dan S-2. Ini terjadi karena ukuran butir fasa magnet keras  $Nd_2Fe_{14}B$  yang semakin kecil (lihat Tabel 2). Pada sampel S-3 dan S-4 jauh dari nilai koersivitas yang seharusnya yakni diatas nilai koersivitas sampel S-2. Produk energi maksimum (BH)<sub>max</sub> mengikuti nilai remanen  $B_r$  dan koersivitas  $iH_c$  untuk masing-masing sampel.  $BH_{max}$  terbesar diperoleh pada sampel S-2.

Sifat-sifat magnet yang terukur untuk magnet Nd-Fe-B dengan kode sampel S-0 sampai dengan S-4 dengan loop histerisis ditunjukkan pada Gambar.4, terdapat perbedaan yang sangat signifikan baik itu pada bentuk loop histerisis, koersivitas intrinsik, dan yang terpenting adalah nilai remanen. Nilai remanen ( $B_r$ ) magnet isotrop 0,62 T dan mendekati dari nilai maksimal magnet isotrop NdFeB yakni 0,8 T [7,8]. Ini membuktikan telah berhasil membuat magnet isotrop dengan sifat-sifat kemagnetannya yang mendekati nilai maksimal yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya.

Secara teoritik, sifat kemagnetan terutama remanen akan sama dengan polarisasi total  $J_s$  dimana untuk fasa  $Nd_2Fe_{14}B$  adalah 1,6 T dengan produk energi

maksimum sebesar 512 kJ/m<sup>3</sup> [9]. Kemajuan penelitian akhir-akhir ini terhadap magnet permanen sinter isotrop Nd-Fe-B telah berhasil mendekati nilai teoritik tersebut sekitar 400 kJ/m<sup>3</sup> yaitu 78 % dari nilai maksimalnya.

Tabel 2 memperlihatkan ukuran butir rata-rata untuk masing-masing sampel dengan waktu penggerusan yang berbeda. Waktu penggerusan yang lebih lama akan diperoleh ukuran butir rata-rata yang lebih kecil setelah dilakukan perlakuan panas. Pada Tabel 3 merupakan hasil pengukuran sifat-sifat kemagnetan magnet permanen  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$  untuk sampel dengan waktu penggerusan yang berbeda. Sehingga hubungan waktu penggerusan, ukuran butir rata-rata, dan sifat kemagnetan yaitu koersivitas intrinsik dapat diperlihatkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hubungan waktu penggerusan dan koersivitas intrinsik untuk magnet  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$

Kode sampel	Waktu penggerusan (detik)	iHc (kA / m)	Ukuran butir rata-rata (µm)
S-0	5	380	1,55
S-2	60	834	1,14
S-3	300	103,6	0,93
S-4	600	111	0,63

Peningkatan nilai koersivitas intrinsik  $iH_c$  dari 380 kA/m menjadi 834 kA/m diakibatkan oleh menurunnya ukuran butir rata-rata fasa utama  $Nd_2Fe_{14}B$ . Sehingga diharapkan untuk waktu penggerusan yang lebih lama akan diperoleh ukuran butir rata-rata yang lebih kecil dan terjadi peningkatan koersivitas intrinsik yang lebih besar. Untuk sampel dengan waktu penggerusan 300 detik dan 600 detik, nilai koersivitas yang diperoleh 103,6 kA/m dan 111 kA/m. Nilai koersivitas tersebut tidak sesuai dengan nilai yang seharusnya. Dengan ukuran butir rata-rata yang semakin kecil seharusnya diperoleh nilai koersivitas intrinsik yang lebih besar. Waktu penggerusan yang lebih lama yakni 300 detik dan 600 detik ternyata mempengaruhi sifat kemagnetan (lihat Tabel 4) meskipun proses penggerusan dilakukan dengan kondisi yang sama.

Bila dilihat dari fotomikro yaitu dengan kode sampel S-3 dan sampel S-4 untuk waktu penggerusan 300 detik dan 600 detik setelah mengalami perlakuan panas, ada perbedaan yang sangat signifikan bila dibandingkan dengan fotomikro hasil dari sampel yang mengalami waktu penggerusan yang tidak lama yakni 5 detik (S-0), 10 detik (S-1), 60 detik (S-2). Pengamatan terhadap fotomikro menimbulkan bahwa banyak terdapat fasa oksida  $Nd_2O_3$  (warna abu-abu) dan berkurangnya fasa magnetik  $Nd_2Fe_{14}B$ . Ini terjadi akibat ukuran serbuk yang begitu halus yaitu kurang dari 0,63 µm untuk waktu penggerusan 600 detik, sehingga dengan ukuran yang sangat kecil dan luas permukaan serbuk yang semakin besar maka tingkat terjadinya oksidasi semakin tinggi.

Apabila serbuk berhasil diperoleh ada kemungkinan untuk terjadinya oksidasi yaitu pada saat penyaring serbuk (filterisasi) dimana penyaringan dilakukan di udara bebas.

Dengan kondisi dimana ada beberapa bagian proses dari pembuatan sampel yang tidak dilakukan dalam suasana *inert* yaitu penyaringan dan penekanan (pressing), merupakan suatu kendala dalam penelitian ini sehingga tingkat terjadinya oksidasi pada pembuatan sampel tidak dapat terkontrol.

Sifat-sifat kemagnetan (Tabel 3) hasil pengukuran dengan VSM dengan medan magnet luar 9 T diperoleh nilai remanen, koersivitas intrinsik, dan produk energi maksimum yang diturunkan dari loop histerisis. Nilai remanen terbesar diperoleh untuk magnet isotropik dengan kode sampel S-2 yaitu 0,62 T dan mendekati dari nilai maksimalnya sebesar 0,8 T menurut kalkulasi berdasarkan teori *Stoner-Wohlfarth* untuk magnet isotropik yakni 0,8 T [7,8].

Dengan waktu penggerusan yang singkat, fasa magnetik Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B dapat dipertahankan dan tingkat terjadinya oksidasi sangat kecil sekali. Sebaliknya dialami oleh sampel S-3 dan sampel S-4. Waktu penggerusan yang cukup lama yaitu 300 detik dan 600 detik mengakibatkan tingkat oksidasi pada serbuk semakin besar sehingga fasa oksida Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> meningkat. Akibatnya selain adanya fasa oksida sampel terdekomposisi sebagian kecil menjadi fasa yang kaya B dan kaya Nd serta berkurangnya fasa utama Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Dengan keadaan yang demikian, sifat kemagnetan yang terukur untuk sampel S-3 dan sampel S-4 sangat rendah baik itu remanen, koersivitas intrinsik dan produk energi maksimum.

Disamping waktu penggerusan yang berpengaruh terhadap sifat-sifat kemagnetan, dalam penelitian ini mengamati pembuatan bakalan sangat berpengaruh juga terutama pada nilai remanen, besar tekanan yang kecil yaitu 31,8 MPa dan jauh dari besar tekanan yang seharusnya 200 MPa [7] menyebabkan densitas bakalan yang diperoleh (Tabel 2) setelah perlakuan panas lebih kecil dari nilai maksimal [9] serta memungkinkan terbentuknya pori-pori diantara batas butir [10].

Besar produksi energi maksimum (BH)<sub>max</sub> hasil perhitungan dari *loop* histerisis sangat tergantung dari nilai remanen yang diperoleh sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar.4.

Pada magnet isotrop dengan kode sampel S-2, produk energi maksimum (BH)<sub>max</sub> lebih besar dari sampel-sampel lainnya. Produk energi maksimum yang besarnya 71,46 kJ/m<sup>3</sup> merupakan hasil maksimal yang diperoleh dalam penelitian ini. Meskipun nilai tersebut jauh lebih kecil dari nilai teoritis yang diperoleh hasil perhitungan yakni 114 kJ/m<sup>3</sup> [7,8]. Rendahnya (BH)<sub>max</sub> sekitar 62,7 % dari nilai maksimal dalam penelitian ini perlu ada perbaikan-perbaikan dalam proses pembuatan sampel dan meminimalkan faktor-faktor penyebab rendahnya

sifat kemagnetan yang diperoleh dalam penelitian ini sebagaimana telah dijelaskan pada pembahasan sebelumnya.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dibicarakan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah berhasil disintesis dengan teknik metalurgi serbuk magnet Nd-Fe-B isotropik.
2. Material magnet komposisi Nd<sub>15</sub>Fe<sub>77</sub>B<sub>8</sub> untuk sintesis magnet permanen isotropik Nd-Fe-B menunjukkan material multifasa dengan fasa Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B sebagai fasa mayor dan fasa-fasa yang kaya akan Nd, kaya akan B, dan oksida sebagai fasa minor.
3. Suhu *sinter* 1080 °C yang digunakan selama 1 jam dalam proses perlakuan panas telah berhasil mempertahankan fasa utama Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B sebagaimana terlihat pada hasil fotomikro dan identifikasi data difraksi sinar-X.
4. Nilai remanen dan koersivitas intrinsik tertinggi diperoleh dari magnet isotropik berturut-turut sebesar 0,62 T dan 834 kA/m. Serbuk magnet ini dipersiapkan dengan waktu penggerusan 60 detik dan ukuran butir rata-rata 1,14 μm setelah perlakuan panas.
5. Produk energi maksimum magnet isotropik yang berhasil diperoleh adalah 62,7 % dari nilai maksimalnya (114 kJ/m<sup>3</sup>).

## DAFTARACUAN

- [1.] M. SAQAWA, S. FUJIMURA, N. TAQAWA, H. YAMAMOTO and Y. MATSUURA. *J.Appl.Phys*, **55** (1984) 2083-2087
- [2.] SCHNEIDER, GERHARD, THEO HENIG-EARNST, GRIEB, BERND, KNOCH, *Phase Equilibria in Nd-Fe-B and Related Systems and Microstructure of Sintered Nd-Fe-B Magnets*, Concerted European Action on Magnets (CEAM), Elsevier Science Publishers Ltd, England, (1989) 344 - 346
- [3.] *Modul Praktikum Metalografi, Laboratorium Metalografi dan Perlakuan Permukaan & Panas*, Jurusan Metalurgi Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- [4.] H.F. BRAUN, M.PELIZONE AND K.YVON, *Procc. of The Int. Conf. On Transition Metal Compounds*, Grenoble, **II** (1982) 11
- [5.] KHJ. BUSCHOW, *Mat.Sci Report*, **I** (1986) 1-64
- [6.] J.S.COOK and P.L.ROSSITER, *CRC. Critical Reviews in Solid State and Mat. Sci*, **15** (1986) 6509
- [7.] P.J.GRUNDY, D.G. LORD, SFH PARKER and R.J. POLLAND, *The microstructure And Extrinsic Magnetic Properties of NdFeB-Based Materials*. Concerted European Action on Magnets (CEAM),

*Studi Sifat Magnetik Material Magnet Sinter Nd-Fe-B (Erfan Handoko)*

*Elsevier Science Publishers Ltd, England P., (1989) 405-415.*

- [8.] J.F.HERBST, J.J.CROAT and F.E. PINKERTON, *Phys.Rev. B.29* (1984) 4176
- [9.] A.MANAF, C.IMAWAN, A.HARIS, dan DJOKO T., *Laporan HB IV* (1995/1996)
- [10.] J.J. CROAT, J.F. HERBST, R.W.LEE and F.E.PINKERTON, *Appl.Phys.Lett*, **44** (1984) 148
- [11.] G. SCHNEIDER, E.T. HENIG, B. GRIEB and G. KNOCH, *in Concerted European Action on Magnet (CEAM), IV*
- [12.] MITCHELL, JMD.COHEY, D.GIVORD, I.R. HARRIS and R. HANITSCH, *Elsevier Applied Science, London* (1989) 325

## **TANYAJAWAB**

Mujamilah, Puslitbang Iptek Bahan - BATAN

### **Pertanyaan**

1. Mengapa tetap terjadi proses oksidasi meski proses dilakukan dalam lingkungan *inert*.

### **Jawaban**

1. Ada proses transisi yang tidak vakum. Proses *drik milling* kemudian dikompaksi (terjadi proses oksidasi).