*Jurnal Sains Materi Indonesia*
*Indonesian Journal of Materials Science*

*Volume 3 No. 2, Pebruari 2002, hal : 6 - 9*
*ISSN : 1411-1098*

# PEMBENTUKAN FASA DAN PENGARUHNYA PADA SIFAT MAGNETIK KOMPOSIT MAGNET BERBASIS SERBUK MAGNET $Nd_2Fe_{14}B$ HASIL *MELTSPINNING*

**Mujamilah, Bambang Sugeng, Evi Y., M. Refai M, Setyo P. dan Ridwan**
*Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) – BATAN*
*Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang 15314*

## ABSTRAK

**PEMBENTUKAN FASA DAN PENGARUHNYA PADA SIFAT MAGNETIK KOMPOSIT MAGNET BERBASIS SERBUK MAGNET $Nd_2Fe_{14}B$ HASIL *MELTSPINNING*.** Telah dilakukan studi pembentukan fasa dan sifat magnetik pada komposit magnet berbasis serbuk magnet $Nd_2Fe_{14}B$ dengan poliester. Studi dilakukan dengan menganalisis fasa dan kurva histeresis komposit magnet dengan komposisi 75% v/v MQP-0 / 25% v/v poliester sebagai fungsi berbagai kondisi serbuk. Hasil studi menunjukkan bahwa serbuk MQP-0 mempunyai komposisi dengan tingkat Fe berlebih yang mengakibatkan terbentuknya fasa magnet lunak α-Fe disamping fasa magnet keras $Nd_2Fe_{14}B$ pada serbuk. Proses penghalusan awal akan memisahkan fasa-fasa ini dan memberikan fraksi α-Fe dominan pada serbuk dengan ukuran halus dan fraksi magnet keras dominan pada serbuk kasar. Proses penghalusan lanjut akan menurunkan fasa α-Fe dan menumbuhkan fasa kristalin $Nd_2Fe_{14}B$. Kehadiran fasa magnet lunak α-Fe pada matriks fasa magnet keras $Nd_2Fe_{14}B$ menyebabkan peningkatan pada harga magnetisasi saturasi dan remanensi bahan namun menurunkan tingkat medan koersivitas bahan. Secara umum kondisi ini mempengaruhi harga produk energi magnetik bahan.

***Kata kunci*** : *Bonded magnet,* $Nd_2Fe_{14}B$, α-Fe, poliester

## ABSTRACT

**PHASE FORMING AND ITS EFFECT TO THE MAGNETIC PROPERTIES OF MAGNET COMPOSITE BASE ON MELTSPUN $Nd_2Fe_{14}B$.** Study of phase and magnetic properties of bonded magnet base on $Nd_2Fe_{14}B$ and polyester has been done. Magnet powder phase and hysteresis curve of bonded magnet having composition of 75% v/v MQP-0 / 25% v/v polyester have been analyzed as a function of magnet powder size. Elemental analysis showed that MQP-0 powder has an-excess of Fe resulting in a present of α-Fe phase as a minor phase in a matrix of $Nd_2Fe_{14}B$ phase. Coarse grinding process result in a separation of this fine α-Fe phase from its matrix. Intensive milling process decreased α-Fe phase and grew $Nd_2Fe_{14}B$ crystalline phase. The present of α-Fe soft magnetic phase increase magnetic saturation and remanence but decrease coercivity and will affect magnetic energy product.

***Key words*** : Bonded magnet, $Nd_2Fe_{14}B$, α-Fe, polyester

## PENDAHULUAN

Komposit magnet berbasis serbuk magnet $Nd_2Fe_{14}B$ dan polimer mulai banyak diaplikasikan sebagai komponen magnet pada berbagai alat-alat elektronik. Hal ini disebabkan masih cukup tingginya sifat magnet yang bisa dimiliki yang akan diikuti dengan kemudahan proses pembuatan serta pembentukan magnet. Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi tingginya sifat magnet ini adalah ukuran serbuk magnet dan fasa magnet yang dimilikinya. Parameter ini dapat dikendalikan selama proses pembuatan dan pengolahan serbuk.

Salah satu jenis serbuk magnet yang banyak dipakai dalam pembuatan magnet ini adalah serbuk hasil proses *rapid solidification* atau proses *meltspinning*. Bergantung pada komposisi awal bahan dan parameter proses, dari proses ini akan dihasilkan paduan magnet dalam bentuk pita dengan ukuran butir kristal dalam orde nanometer. Dengan kondisi ukuran butir dalam orde nanokristalin ini dapat didekati kondisi *single domain-particles* untuk mengoptimalkan sifat magnetik yang diperoleh [1]. Selain itu paduan yang terbentuk dapat memiliki fasa yang tidak tunggal tapi diikuti fasa kedua yang kadang memberi pengaruh cukup besar pada sifat makro maupun mikro yang diperoleh.

A. Manaf et.al [2-3] menunjukkan bahwa paduan dengan tingkat Nd rendah (8-9at.% Nd) yang diproses dengan *meltspinning* mempunyai fasa mayor $Nd_2Fe_{14}B$ yang disertai fasa minor α-Fe pada bagian batas butir dengan ukuran butir yang sangat halus. Paduan ini

mempunyai remanensi yang lebih tinggi dibanding paduan dengan fasa tunggal dengan ukuran butir dalam orde makro. Peningkatan ini berasal dari adanya interaksi antar butir $Nd_2Fe_{14}B$ baik secara langsung maupun melalui butir α-Fe selain interaksi dalam butir (*intergrain interaction*). Dalam proses selanjutnya pita-pita ini akan dihaluskan sehingga mempunyai distribusi ukuran serbuk tertentu. Proses penghalusan ini dapat mempengaruhi kondisi-kondisi fasa yang dimiliki serbuk. Dari fakta ini terlihat bahwa dalam pembuatan magnet untuk suatu aplikasi dengan suatu kondisi magnetik tertentu, perlu diketahui terlebih dahulu informasi fasa serta distribusi ukuran serbuk magnet yang akan dipakai.

Pada tulisan ini akan dilaporkan hasil studi pada serbuk magnet MQP-0 yang merupakan produk dari Magnequench Co., Ltd. Studi dilakukan pada sistem magnet komposit yang terbentuk antara serbuk MQP-0 dengan polimer dari jenis poliester

## TATA KERJA

Seperti dikatakan diatas serbuk magnet yang dipelajari adalah serbuk magnet hasil proses *meltspinning* jenis MQP-0, yang merupakan produk Magnequench Co., Ltd. Dari data spesifikasi bahan diperoleh informasi ukuran serbuk hasil proses penghalusan awal dari kondisi pita dengan distribusi ukuran antara 60 μm sampai dengan 325 μm. Selanjutnya pada serbuk ini yang telah dilarutkan dalam larutan yang sesuai dilakukan analisis kandungan unsur dengan menggunakan metoda AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*). Untuk analisis fasa, serbuk magnet diayak sehingga diperoleh serbuk dengan kisaran ukuran tertentu. Untuk melihat pengaruh penghalusan lanjut, sejumlah serbuk dihaluskan dengan menggunakan *ballmill* sampai tercapai ukuran serbuk < 500 mesh (< 37 μm). Penghalusan dilakukan dalam cairan toluen untuk menghindari efek pemanasan berlebih dan oksidasi. Analisis fasa dilakukan pada tiap kisaran ukuran serbuk dengan metoda difraksi sinar-X. Untuk pengukuran kurva histeresis komposit magnet, dari masing-masing kisaran ukuran serbuk dibuat cuplikan berbentuk pelet berdiameter 0,6 cm dan ketebalan 0,1 mm dengan komposisi 75% v/v serbuk magnet dan 25% v/v Poliester. Pembuatan pelet di lakukan dengan tekanan 800 Mpa dan pematangan pada 100° C selama 2 jam.

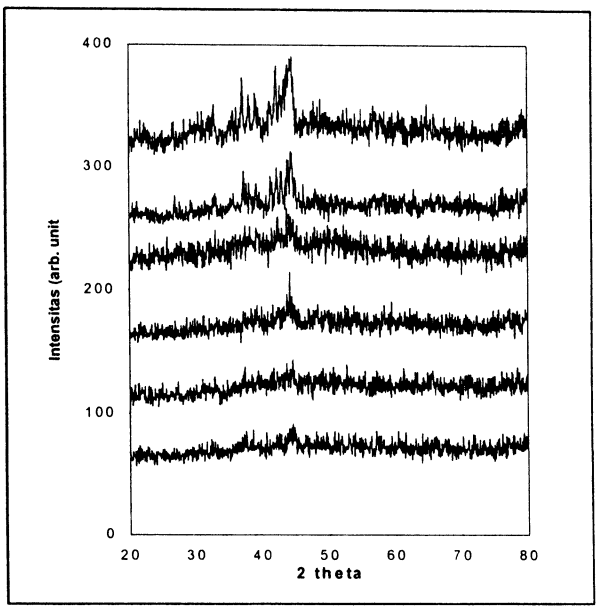
Sebelum pengukuran, cuplikan dimagnetisasi terlebih dahulu dengan menggunakan medan elektromagnet dengan medan maksimal 2 Tesla. Pengukuran histeresis dilakukan dengan menggunakan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) jenis OXFORD1.2H [4] dengan medan luar maksimal 1 Tesla. Sebagian sampel diukur dengan menggunakan *OXFORD Superconducting VSM* dengan medan luar maksimal 9 Tesla yang dilakukan di *National University of Singapore.*

## HASIL PERCOBAAN DAN ANALISIS

Dari hasil analisis unsur dengan metoda AAS pada pita MQP-0 selanjutnya ditentukan komposisi paduan dalam %at., yaitu sebagai $Nd_{9.3}Fe_{83.15}B_{7.55}$. Komposisi ini menunjukkan adanya elemen Fe yang berlebih bila dibandingkan dengan kondisi komposisi stoikiometrinya ($Nd_{11.8}Fe_{82.3}B_{5.9}$). Pola difraksi sinar-X dari 6 kisaran ukuran serbuk (lihat Tabel 1) diberikan secara berurutan pada Gambar 1. Analisis pada pola difraksi ini menunjukkan adanya kehadiran fasa mayor $Nd_2Fe_{14}B$ yang berbentuk amorf pada serbuk hasil penggilingan awal yang disertai fasa minor α-Fe dan fasa kristalin $Nd_2Fe_{14}B$ seperti yang diperoleh dari proses *rapid solidification* [5].

***Tabel 1***. Distribusi ukuran serbuk dan kandungan fasanya

| No | Kisaran ukuran serbuk (dalam mesh) | Kandungan fasa |
|---|---|---|
| 1. | s < 100 | $Nd_2Fe_{14}B$ amorf |
| 2. | 100 < s < 200 | $Nd_2Fe_{14}B$ amorf |
| 3. | 200 < s < 300 | $Nd_2Fe_{14}B$ amorf dan α-Fe |
| 4. | 300 < s < 400 | $Nd_2Fe_{14}B$ amorf dan α-Fe |
| 5. | 400 < s < 500 | $Nd_2Fe_{14}B$ kristalin dan α-Fe |
| 6. | s > 500 mesh | $Nd_2Fe_{14}B$ kristalin dan α-Fe |

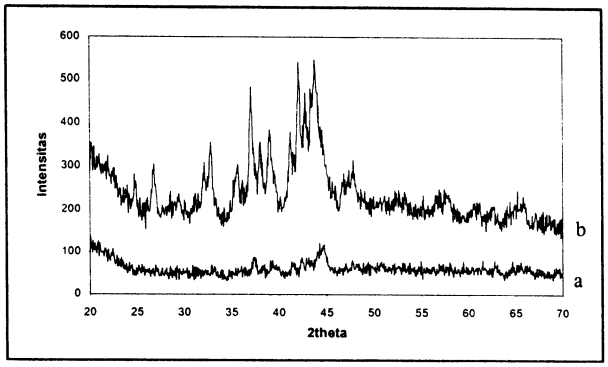



***Gambar 1***. Pola difraksi sinar-X serbuk magnet MQP-0 pada berbagai kisaran ukuran serbuk (lihat nomor pada Tabel 1)

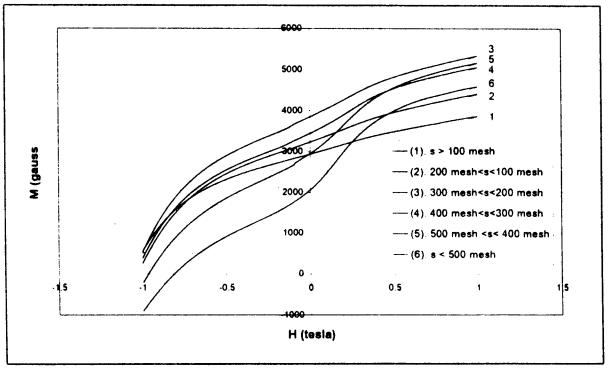
Fasa minor semakin besar intensitasnya dengan makin halusnya serbuk yang menunjukkan makin meningkatnya fraksi fasa α-Fe. Kondisi ini memberikan informasi, pada proses penggilingan awal, pemecahan serbuk akan terjadi pada daerah batas butir antar dua fasa. Serbuk dengan fasa minor α-Fe dan kristalin $Nd_2Fe_{14}B$ yang berukuran lebih halus dari serbuk dengan fasa mayor $Nd_2Fe_{14}B$ amorf akan terpisah. Pada Gambar 2 ditampilkan pola difraksi sinar-X serbuk hasil

*Volume 3 No. 2, Pebruari 2002, hal : 6 - 9*
*ISSN : 1411-1098*

penggilingan awal dan serbuk hasil *milling* dengan ukuran serbuk < 500 mesh. Pola ini menunjukkan pada proses penghalusan lanjut terjadi penghalusan serbuk-dengan fasa mayor, disertai dengan proses difusi fasa minor dalam fasa mayor.dan pada akhirnya dengan bantuan panas yang timbul selama proses *milling* akan terjadi penumbuhan kristal fasa magnetik mayor.




***Gambar 2***. Pola difraksi sinar x serbuk MQP-0 hasil penggilingan awal (a) dan hasil *milling* (ukuran serbuk < 500 mesh) (b)



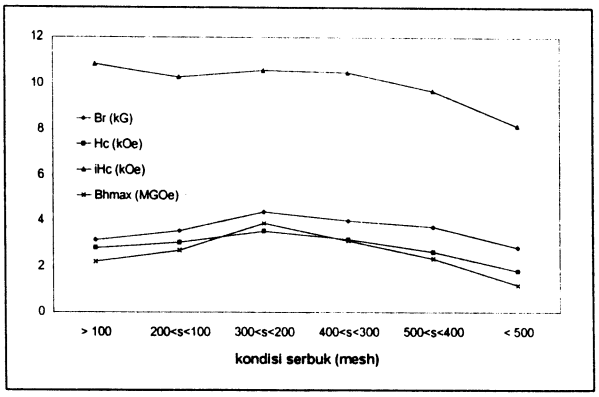

***Gambar 3***. Kurva histerisis (kuadran 1-2) serbuk MQP-0 pada berbagai kondisi serbuk hasil penggilingan awal

Kehadiran fasa minor ini juga teramati pada kurva histeresis bahan yang menampakkan pola kurva dua bahan seperti terlihat pada Gambar 3. Kurva histeresis seolah-olah disusun oleh kurva histeresis magnetik kuat dan kurva histeresis magnetik lunak. Semakin tinggi kandungan fasa minor maka makin langsing bagian tengah kurva yang menunjukkan makin dominannya fraksi magnet lunak dalam bahan. Hasil analisis pada kurva histeresis memberikan parameter-parameter sifat magnetik sebagaimana diberikan pada Tabel 2 dan Gambar 4. Dari hasil analisis ini terlihat adanya ketergantungan sifat magnet bahan pada ukuran butir serbuk yang terkait dengan kehadiran fasa dalam serbuk.

Kehadiran fasa magnet lunak dalam komposit memberikan kenaikan pada harga magnetisasi saturasi dan remanensi (Br) namun cenderung menurunkan medan koersivitas (Hc) bahan. Secara umum sifat magnet yang dimiliki bahan akan ditentukan oleh perimbangan sifat yang dimiliki masing-masing fasa. Perkalian antara remanensi dan koersivitas bahan yang memberikan harga energi magnetik bahan (BHmax), mempunyai harga

***Tabel 2***. Sifat magnetik magnet bonded (75% v/v MQP-0 + 25% v/v Poliester) pada berbagai kisaran ukuran serbuk MQP-0

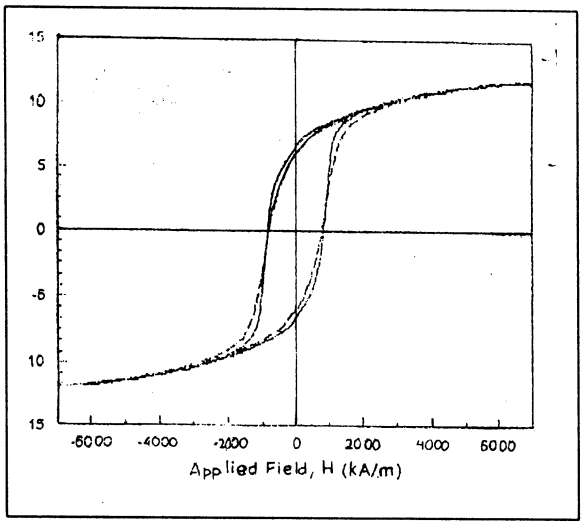
| Cuplikan berukuran serbuk | Br (kG) | Hc (kOe) | iHc (kOe) | BHmax (MGOe) |
|---|---|---|---|---|
| s < 100 | 3,16 | 2,81 | 10,85 | 2,2172 |
| 100 < s < 200 | 3,56 | 3,05 | 10,3 | 2,7111 |
| 200 < s < 300 | 4,39 | 3,55 | 10.6 | 3,8953 |
| 300 < s < 400 | 4 | 3,19 | 10,5 | 3,1293 |
| 400 < s < 500 | 3,74 | 2,65 | 9,7 | 2,364 |
| s > 500 mesh | 2,84 | 1,62 | 8,17 | 1,1962 |



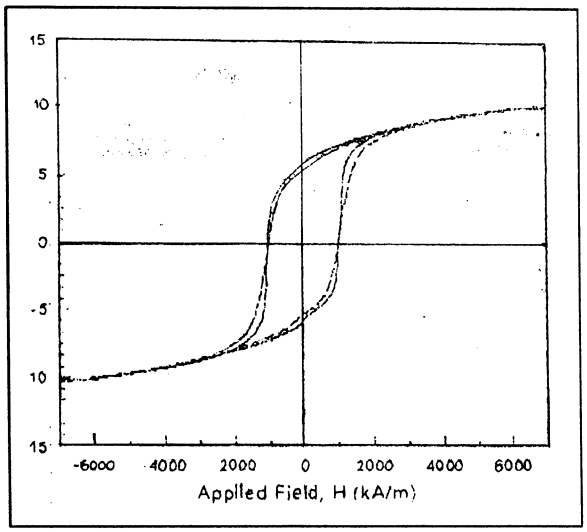

***Gambar 4***. Kurva antara berbagai sifat magnetik magnet bonded (75% v/v MQP-0 + 25% v/v Poliester) pada berbegai kisaran ukuran serbuk MQP-0

maksimum pada cuplikan dengan ukuran serbuk (200 – 300) mesh untuk serbuk hasil penghalusan awal. Hal ini dapat diartikan pada kisaran ukuran serbuk ini, komposisi fasa magnet lunak yang hadir memberikan pengaruh yang optimal. Pada kondisi ini harga koersivitas tidak menurun jauh dibanding harga koersivitas serbuk yang lebih besar, namun harga remanensinya lebih tinggi. Hasil ini bersesuaian dengan pembahasan pada acuan [6] yang menunjukkan bahwa faktor koersivitas memberikan pengaruh yang lebih dominan pada penentuan energi magnetik.

Pada Gambar 5 dan 6 diperlihatkan kurva histeresis cuplikan dengan serbuk magnet hasil penggilingan awal dan hasil *ballmilling* (ukuran serbuk < 500 mesh) hasil pengukuran dengan *superconducting VSM* ( medan magnet luar maksimal 9 T) . Kurva yang diperoleh tidak menunjukkan pola kurva dua bahan namun analisis lebih lanjut pada kurva ini memberikan keterkaitan yang jelas antara sifat magnetik dan fasa magnetik yang dimiliki serbuk. Cuplikan dengan serbuk hasil penggilingan awal mempunyai harga magnetisasi saturasi dan remanensi yang lebih tinggi namun medan koersiv lebih rendah bila dibandingkan dengan cuplikan yang dibuat dari serbuk hasil penggilingan awal. Hal ini menunjukkan bahwa ada atau tidaknya fasa minor pada serbuk magnet memberikan peran yang penting dalam pembentukan sifat magnet cuplikan sebagaimana telah dibahas diatas.




***Gambar 5***. Kurva histerisis cuplikan dengan serbuk magnet hasil




***Gambar 6***. Kurva histerisis cuplikan dengan serbuk magnet hasil *ballmilling* (ukuran serbuk < 500 mesh)

## KESIMPULAN

Dari hasil percobaan dan analisa diatas dapat disimpulkan bahwa serbuk MQP-0 mempunyai fasa mayor $Nd_2Fe_{14}B$ amorf yang berukuran besar dan fasa minor kristalin $Nd_2Fe_{14}B$ dan α-Fe yang berukuran halus. Pada proses penghalusan awal terjadi pemisahan serbuk-serbuk ini pada batas butir. Penghalusan lebih lanjut akan menumbuhkan fasa kristalin $Nd_2Fe_{14}B$ dan mengurangi fasa α-Fe. Kehadiran fasa α-Fe akan meningkatkan harga magnetisasi saturasi dan remanensi namun menurunkan koersivitas bahan. Analisa pada harga energi magnetik menunjukkan bahwa penurunan koersivitas lebih berpengaruh dari pada peningkatan magnetisasi saturasi.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bp. DR. Azwar Manaf, M.Met dari Juruisan Fisika – FMIPA, Universitas Indonesia dan DR. Li Yi dari Departement of Materials Science, Science Faculty, National University of Singapore, Singapore atas bantuannya dalam pengukuran kurva histeresis dengan *Superconducting VSM*.

## DAFTAR ACUAN

[1]. J.J. CROAT, J.F. HERBST, R.W. LEE AND P.E. PINKERTON, *Appl. Phys. Lett.* **44** (1984) 148

[2]. A. MANAF, R.A. BUCKLEY AND H.A. DAVIES, *J. Magn. Magn. Mater.* **128** (1993) 305

[3]. A. MANAF, M. AL-KHAFAJI, P.Z. ZHANG, H.A. DAVIES, R.A. BUCKLEY AND W.M. RAINFORTH, *J. Magn. Magn. Mater.* **128** (1993) 310

[4]. MUJAMILAH, RIDWAN, M. REFAI M, S. PURWANTO, M.I. MAYA FEBRI, YOHANNES A.M, EDDY S DAN HERRY M, *Prosiding Seminar Nasional Bahan Magnet I*, Serpong, (2000)

[5]. L. SCHULTZ AND J. WECKER, *Mat. Sci. and Eng.* **99** (1988) 129

[6]. K. RAVIPRASAD, M. FUNAKOSHI AND M. UMEMOTO, *J. Appl. Phys.* **83**(2) (1998) 926