



UNIVERSITAS INDONESIA

**REKAYASA STRUKTUR MATERIAL MAGNET
SISTEM KOMPOSIT $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ MELALUI
RUTE *MECHANICAL ALLOYING* UNTUK APLIKASI
MAGNET PERMANEN**

DISERTASI

Erfan Handoko
0606027972

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
UNIVERSITAS INDONESIA
2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**REKAYASA STRUKTUR MATERIAL MAGNET
SISTEM KOMPOSIT $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ MELALUI
RUTE *MECHANICAL ALLOYING* UNTUK APLIKASI
MAGNET PERMANEN**

DISERTASI

Sebagai syarat untuk memperoleh gelar Doktor dalam bidang Ilmu Material

Erfan Handoko
0606027972

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
UNIVERSITAS INDONESIA
2011**

HALAMAN PENGESAHAN

Disertasi ini diajukan oleh :
Nama : Erfan Handoko
NIM : 0606027972
Program : Ilmu Material
Judul : Rekayasa Struktur Material Magnetik Sistem Komposit
Nd₂Fe₁₄B/Fe₃Si Melalui Rute *Mechanical Alloying*
Untuk
Aplikasi Magnet Permanen

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Doktor pada program Studi Ilmu Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Promotor : Dr. Azwar Manaf, M.Met ()

Kopromotor : Dr. Suhardjo Poertadji ()

Ketua Sidang : Dr. Adi Basukriadi, M.Sc ()

Tim Penguji : Dr. Bambang Soegijono ()

Dr. Budhy Kurniawan ()

Dr. Muhammad Aziz Majidi ()

Prof. Dr. Ridwan ()

Ditetapkan di : Jakarta
Tanggal : 4 Januari 2011

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis diperkenankan untuk dapat mempertahankan disertasi berjudul " Rekayasa Struktur Material Magnetik Sistem Komposit $Nd_2Fe_{14}B/Fe_3Si$ Melalui Rute *Mechanical Alloying* Untuk Aplikasi Magnet Permanen" dalam Sidang Terbuka Ujian Doktor bidang Ilmu Material Universitas Indonesia pada hari ini.

Dalam menyelesaikan disertasi ini penulis banyak mendapat bimbingan, pengarahan, bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan penghargaan dan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Azwar Manaf, M.Met., selaku Promotor yang dengan ke-ikhlasannya telah meluangkan waktu dan tak henti memberikan dorongan sehingga penulis berhasil menyelesaikan Program Doktor ini.
2. Dr. Suhardjo Poertadji, selaku Ko-Promotor yang telah meluangkan waktu untuk memberikan nasihat, pengarahan serta bimbingan.
3. Dr. Adi Basukriadi, M.Sc., selaku Dekan FMIPA UI dan Ketua pelaksana Sidang Terbuka.
4. Dr. Bambang Seogijono, selaku Ketua Program Studi Ilmu Material, dosen di Program Pascasarjana Ilmu Material dan juga sebagai dosen penguji, yang selalu memberikan inspirasi, semangat dan dorongan untuk meningkatkan wawasan tentang Ilmu Material.
5. Dr. Budhy Kurniawan, Dr. Muhammad Aziz Majidi, dan Prof. Dr. Ridwan selaku dosen-dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan, kritik, dan saran demi layaknya disertasi ini dalam menyelesaikan program Doktor.
6. Dirjen Dikti yang telah memberikan Beasiswa Program Pascasarjana (BPPS) selama melaksanakan pendidikan di Universitas Indonesia.
7. Seluruh Staf dan Karyawan di Program Pascasarjana Ilmu Material, Departement Fisika FMIPA Universitas Indonesia, yang telah banyak membantu untuk kelancaran perkuliahan.
8. Seluruh Staf dan Karyawan Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Jakarta dengan segala doa dan dukungan kepada penulis

9. Teman-teman di Program Pascasarjana Ilmu Material yang tidak dapat disebutkan satu persatu, yang telah membantu dan memberikan dukungan moral selama mengikuti program.

Rasa terima kasih dan kecintaan juga tersampai kepada kedua orang tua bpk.(alm), Chody. MS dan ibu Siti Sudjati yang melimpahi penulis dengan perhatian dan kasih sayang serta dorongan dalam meraih cita-cita. Ucapan terima kasih mendalam tersampai pula bagi anggota-anggota keluarga terkasih, istri, Riana Rintawati dan ketiga anak-anak penulis, Hani, Daffa, dan Mazaya, yang tak hentinya memberikan semangat selama penulis mengikuti program ini.

Penulis menyampaikan terima kasih tak terhingga serta permohonan maaf kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan, dukungan moril maupun materiil bagi penulis dalam menyelesaikan program Doktor ini, yang namanya tidak dapat penulis sebutkan satu persatu hanya Allah SWT yang mampu memberikan imbalan yang sesuai dan semoga rahmat-Nya terlimpah bagi kita semua.

Akhir kata, penulis menyadari sepenuhnya bahwa disertasi ini masih jauh dari sempurna, untuk itu saran dan kritik dari semua pihak penulis harapkan untuk penyempurnanya. Harapan penulis hasil penelitian ini juga akan dapat memberikan sumbangan dan manfaat bagi kemajuan ilmu pengetahuan khususnya di bidang Ilmu Material.

Depok, 31 Desember 2010

Erfan Handoko

ABSTRAK

Nama : Erfan Handoko
Program : Ilmu Material
Judul : REKAYASA STRUKTUR MATERIAL MAGNET SISTEM
KOMPOSIT $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ MELALUI RUTE *MECHANICAL*
ALLOYING UNTUK APLIKASI MAGNET PERMANEN

Berdasarkan perkembangan penelitian magnet permanen dalam 100 tahun terakhir penelitian terfokus pada penemuan komposisi baru dalam material magnet sampai akhir abad 20 ketika fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ditemukan dan tidak ada lagi penemuan fasa magnetik baru setelahnya. Pada kenyataannya arah pengembangan penelitian bahan magnet lebih telah berubah dan terfokus pada rekayasa struktur dari material magnetik yang pernah dikembangkan sebelumnya kepada nanomaterials. Dalam penelitian ini telah diteliti material magnetik sistem komposit $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ yang disiapkan melalui metode *mechanical alloying*. Diawali dengan pembentukan paduan Nd-Fe-B komposisi stoikiometri melalui peleburan arc dalam lingkungan yang bebas oksida. Paduan Nd-Fe-B tahan oksidasi hanya dapat diperoleh melalui peleburan dan sistem dengan pencetakan dengan laju yang cepat. Validasi tahapan pembuatan magnet sinter Nd-Fe-B telah diperoleh melalui pembuatan magnet sinter komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at %) yang telah terbukti memiliki memiliki sifat-sifat kemagnetan yang optimal. Penggabungan antara fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si dalam sistem komposit dilakukan untuk menghasilkan magnet permanen Nd-Fe-B dengan sifat-sifat yang unggul. Hal ini diperoleh melalui pemanfaatan interaksi pertukaran antara fasa magnet permanen $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang memiliki magnetisasi total 1,6 T dan fasa magnet tidak permanen Fe_3Si yang memiliki magnetisasi total 2 T. Hasil penelitian menunjukkan bahwa magnet komposit sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ terbentuk dengan baik namun struktur material belum dapat dikontrol dengan baik ditandai dengan masih rendahnya nilai koesivitas dan remanen. Interaksi pertukaran antar fasa-fasa magnetik hanya dapat diperoleh bila ukuran kristal fasa-fasa magnetik dalam sistem komposit masuk dalam ukuran skala nanometer.

Kata Kunci : *Magnet Permanen, Fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, mechanical alloying, nano komposit, Magnet Sinter*

ABSTRACT

Name : Erfan Handoko
Program : Materials Science
Title : STRUCTURAL ENGINEERING OF COMPOSITE Nd₂Fe₁₄B/Fe₃Si
MAGNETIC SYSTEM THROUGH MECHANICAL ALLOYING
ROUTE FOR PERMANENT MAGNET APPLICATIONS

Referring to the history of permanent magnets research development in over last 100 years, most researchers focused the research objectives in finding new hard magnetic phases, until the late of 20 century when Nd₂Fe₁₄B phase was discovered, no more new magnetic phases were introduced since then. The fact that research focused has changed to the structural engineering domain towards nanomaterials. In the current research works, composite materials for Nd₂Fe₁₄B/Fe₃Si magnetic system prepared by mechanical alloying technique have been investigated. Stoichiometry Nd-Fe-B alloys was obtained by melting the alloy constituents in a vacuum arc melting furnace under oxygen free atmosphere. Nd-Fe-B alloys which obtained by melting and successive rapid casting were found to have higher oxidation resistant than those of conventional preparation. Processing steps for sintered Nd-Fe-B magnets which refer to the established processing practices of sintered Nd-Fe-B were introduced to the permanent magnets making in which magnetic properties of Nd₁₅Fe₇₇B₈ (at.%) composition has to be obtained reproducibly. Composite magnetic system which was derived from mechanically alloying of Nd₂Fe₁₄B and Fe₃Si magnetic phases should result in enhancement of magnetic properties which obtained from exchanged grains interaction effects between Nd₂Fe₁₄B phase with a total magnetization value of 1.6 T and Fe₃Si phase with a much higher total magnetization value of 2.0 T. The overall results of current work indicated that the composite of Nd₂Fe₁₄B/Fe₃Si magnetic system has successfully made in which both type of magnetic grains homogenously distributed in a random structure in a polycrystalline system. Unfortunately, the grain sizes of crystalline magnetic phases were developed in out of control manner has resulted in relatively lower values of coercivity and remanence. Exchanged grain interaction effects could only be obtained when the grain structure in a composite material system enters to the nanoscale regime. This remains as the unfinished work which left to the next researcher.

Keywords: Permanent Magnets; Nd₂Fe₁₄B phase; mechanical alloying, nanocomposites; sintered magnets

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	i
KATA PENGANTAR	ii
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	xi
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian	3
1.3. Pembatasan Masalah	4
1.4. Hipotesa	5
BAB II. STUDI LITERATUR	6
2.1. Teori Kemagnetan	6
2.1.1. Medan Magnet Bahan	6
2.1.2. Kurva Histerisis dan Proses Kemagnetan	7
2.2. Material Magnet	10
2.2.1. Perkembangan Magnet Permanen	10
2.2.2. Magnet Permanen Sistem Nd-Fe-B	12
2.2.3. Material Magnet Tidak Permanen	17
2.3. Perkembangan Magnet Permanen Komposit	18
BAB III METODE PENELITIAN	22
3.1. Diagram Alir Penelitian	22
3.2. Preparasi Material Magnet	27
3.2.1. Elemen-elemen Penyusun	27
3.2.2. Pembuatan Ingot $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si	28
3.3. Pengukuran Material Magnet	28
3.3.1. Identifikasi Fasa Magnet	28

3.3.2. Analisis Struktur Mikro	29
3.3.3. Analisis Termal	29
3.3.4. Sifat Kemagnetan	30
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1. Preparasi Paduan Material Magnet	31
4.1.1 Modifikasi Sistem pencetakan (casting) untuk Preparasi Material	31
4.1.2. Material Magnet Komposisi Nd-Fe-B	34
4.1.2.1. Identifikasi Fasa Material Magnet Komposisi Nd-Fe-B	35
4.1.2.2. Struktur Material Magnet Nd-Fe-B	37
4.1.2.3. Analisis Termal Material Magnet Komposisi Nd-Fe-B	41
4.1.2.4. Sifat Kemagnetan Magnet Nd-Fe-B	43
4.1.3. Material Magnet Fe-Si	46
4.1.3.1. Preparasi Material Magnet Fe-Si	46
4.1.3.2. Struktur Mikro Material Magnet Fe ₃ Si	47
4.2. Sintesis Magnet Sinter	48
4.2.1. Magnet Sinter Nd ₁₅ Fe ₇₇ B ₈	48
4.2.2. Magnet Sinter Nd ₂ Fe ₁₄ B	54
4.3. Sintesis Magnet Komposit Sinter Nd ₂ Fe ₁₄ B/ Fe ₃ Si	55
BAB V. KESIMPULAN	65
5.1. Kesimpulan	65
5.2. Saran	66
PUSTAKA ACUAN	67
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Kurva tipe magnetisasi dari bahan (a). Diamagnetik, (b). Paramagnetik dan (c). Feromagnetik. ^[13]	7
Gambar 2.2.	Proses magnetisasi bahan magnet yang menghasilkan kurva loop histerisis ^[13]	8
Gambar 2.3.	Rapat energi maksimum material magnet berdasarkan kuadran kedua pada kurva loop histerisis	9
Gambar 2.4.	(a) Diagram fasa sistem biner untuk Sm-Co. (b). Struktur kristal sistem $RETM_5$ dan RE_2TM_{17}	11
Gambar 2.5.	(a). Penampang melintang digram fasa Nd-Fe-B untuk isothermal 800°C. (b). Struktur unit sell $Nd_2Fe_{14}B$ untuk bidang $[001]$ ^[13]	14
Gambar 2.6.	Nilai temperatur Cure (T_c) dan magnetisasi saturasi pada material magnet komposisi $RE_2(Fe,Co)_{14}B$ ^[13]	14
Gambar 2.7.	Struktur mikro magnet sinter komposisi $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ (at %) memiliki dua fasa yaitu $Nd_2Fe_{14}B$ (putih) sebagai fasa mayor dan Nd (hitam) sebagai fasa kedua. ^[25]	16
Gambar 2.8.	Kurva loop histerisis magnet sinter komposisi $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ (at %) ^[26]	16
Gambar 3.1 .	Diagram alir penelitian material magnet komposit sistem $Nd_2Fe_{14}B/Fe_3Si$	25
Gambar 4.1.	Diagram tungku busur peleburan (<i>arc melting furnace</i>)	31
Gambar 4.2.	Uji kestabilan pada udara bebas paduan $Nd_2Fe_{14}B$. (a) pendinginan cepat dengan pencetakan pada cetakan tembaga yang didinginkan dari leburan paduan material magnet yang dialirkan dan (b) pendinginan lambat dalam ruang sampel	33
Gambar 4.3.	(a). Foto alat <i>arc melting furnace</i> dan (b). Hasil pencetakan (casting) ingot Nd-Fe-B bentuk silinder diameter 5 mm dan plat tebal 2 mm	35
Gambar 4.4.	Pola difraksi sinar-x material magnet hasil AMF (a) $Nd_{12}Fe_{82}B_6$ dan (b) $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ (% atom)	36
Gambar 4.5.	Pola difraksi sinar-x ingot $Nd_{12}Fe_{82}B_6$ (% atom) hasil casting dalam bentuk plat dengan tebal 0,5 mm, 1,0 mm, dan 2,0 mm ...	37

Gambar 4.6.	Foto mikro dengan perbesaran 200 dan 500 kali pada (a) ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan (b) $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ hasil <i>casting</i> bentuk silinder berdiameter 5 mm	39
Gambar 4.7.	Foto SEM ingot $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ hasil <i>casting</i> bentuk silinder berdiameter 5 mm	40
Gambar 4.8.	Foto mikro dengan perbesaran 500 kali pada (a) ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan (b) $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ hasil <i>casting</i> bentuk plat tebal 2 mm	40
Gambar 4.9.	Termoscan DSC ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ <i>casting</i> bentuk silinder berdiameter 5 mm	41
Gambar 4.10.	Termoscan DSC ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ <i>casting</i> bentuk plat	42
Gambar 4.11.	Loop histerisis hasil pengukuran dengan PERMAGRAPH (a) Ingot casting plat 2 mm dan serbuk $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (b) Ingot casting plat 2 mm dan serbuk $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (c) Magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ setelah perlakuan panas 1050°C 1 jam anil 650°C 0,5 jam berupa padatan (<i>bulk</i>) dan serbuk	45
Gambar 4.12.	Pola difraksi sinar-x <i>ingot</i> dengan komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom) ...	46
Gambar 4.13.	Foto mikro ingot dengan komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom) hasil <i>casting</i> bentuk plat tebal 2 mm membentuk fasa Fe_3Si . (a) Penampang Melintang (b) Bagian tengah	48
Gambar 4.14.	Pola difraksi sinar-x magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ dengan <i>sintering</i> 1050°C selama 1 jam (<i>water quench</i>) dan <i>annealing</i> 650°C selama 30 menit	49
Gambar 4.15.	Foto struktur mikro magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (a). Mikroskop optik. (b). SEM.	50
Gambar 4.16.	Termoscan DSC magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ sinter 1050°C 1 jam dan anil 650°C selama 0,5 jam	50
Gambar 4.17.	Kurva loop histerisis material magnet sinter komposisi $(\text{Nd,Dy})_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ <i>Sintering</i> 995°C selama 1 jam dan anil 650°C selama 1 jam	53
Gambar 4.18.	Foto SEM material magnet sinter komposisi $(\text{Nd,Dy})_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ <i>Sintering</i> 995°C selama 1 jam dan anil 650°C selama 1 jam	53
Gambar 4.19.	Kurva loop histerisis material magnet komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ <i>Sintering</i> 990°C selama 2 jam dan anil 650°C selama 0,5 jam ...	54
Gambar 4.20.	Foto SEM material magnet komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$	54

Gambar 4.21. Kurva loop histerisis material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si sebelum perlakuan panas	56
Gambar 4.22. Gambar 4.22. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si sebelum perlakuan panas	56
Gambar 4.23. Kurva loop histerisis material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas	58
Gambar 4.24. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas	59
Gambar 4.25. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan selama 5 menit	60
Gambar 4.26. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan selama 60 menit	60
Gambar 4.27. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan selama 300 menit	61
gambar 4.28. Struktur mikro material magnet komposit (a) 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si dan (b) 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas	63
gambar 4.29. Pola difraksi sinar-x material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si setelah proses penghalusan dan sebelum perlakuan panas.	63

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1.	Perkembangan magnet permanen 100 tahun terakhir ^[13]	2
Tabel 2.1.	Pengembangan sifat kemagnetan berbagai jenis magnet permanen ^[13]	10
Tabel 2.2.	Perbedaan sifat-sifat kemagnetan antar magnet lunak (<i>soft magnet</i>) dan magnet keras (<i>hard magnet</i>) ^[13]	17
Tabel. 2.3.	Sifat-sifat kemagnetan berbagai jenis paduan magnet lunak (<i>soft magnet</i>) ^[13]	18
Tabel 4.1.	Perubahan massa material magnet hasil AMF pada udara bebas paduan Nd ₂ Fe ₁₄ B yang disiapkan pada proses pendinginan yang berbeda	32
Tabel 4.2.	Nilai temperatur Curie (T _c) terukur pada paduan Nd-Fe-B	43
Tabel 4.3.	Sifat-sifat magnet yang terukur pada paduan Nd-Fe-B	44
Tabel 4.4.	Sifat kemagnetan material magnet komposit 80% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 20% wt Fe ₃ Si dan 70% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 30% wt Fe ₃ Si sebelum perlakuan panas	57
Tabel 4.5.	Sifat kemagnetan material magnet komposit 80% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 20% wt Fe ₃ Si dan 70% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 30% wt Fe ₃ Si setelah perlakuan panas	59
Tabel 4.6.	Sifat kemagnetan material magnet komposit 70% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 30% wt Fe ₃ Si setelah perlakuan panas dan penghalusan dengan <i>vibration mill</i>	61

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Magnet permanen dalam perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi memegang peranan penting terutama untuk kemajuan industri saat ini. Komponen utama yaitu material magnet permanen dalam peralatan misalnya motor DC, aktuator, generator, baik itu dalam dunia automotif maupun peralatan rumah tangga, menjadi sangat dibutuhkan dalam pemanfaatannya. Kebutuhan yang sangat mendesak akan bahan magnet permanen mendorong perlunya dikembangkan material magnet permanen baik secara metode pembuatannya maupun dengan rekayasa bahan atau komposisi. Sifat kemagnetan yang dimiliki merupakan indikator terpenting dalam pengembangan dan rekayasa material magnet seperti magnetisasi total atau jenuh (M_s) yaitu terorientasi seluruh dipol-dipol magnet pada arah tertentu akibat medan magnet luar (H) diberikan, remanen (B_r) merupakan medan magnet sisa pada material magnet apabila medan magnet luar (H) dihilangkan, medan koersivitas intrinsik (j_{Hi}) yaitu medan balik yang diberikan untuk menghilangkan nilai remanen (B_r), dan rapat energi maksimum $(BH)_{maks}$ yang merupakan besarnya energi yang tersimpan per volume dari material magnet.

Dalam pengembangan material magnet permanen yang berbasis logam tanah jarang (*rare earth*) terutama kaya dengan unsur Nd (*Nd-rich*) maupun logam Fe (*Fe-rich*) dan memiliki sifat kemagnetan unggul masih terus dilakukan oleh banyak peneliti bahan magnet. Demikian juga dengan paduan (*alloy*) magnetik berbasis logam tanah jarang sistem RE-TM-B^[1-5], Sm-Co^[6-8] dan tidak terkecuali sistem keramik $MO.6 Fe_2O_3$ (M=Ba atau Sr)^[9-10]. Rekayasa proses preparasi baik itu teknik konvensional seperti metalurgi serbuk (*Powder Metallurgy*)^[11] maupun teknik modern seperti *Rapid Solidification*^[12] dalam pembuatan magnet permanen telah mampu menghasilkan sifat

kemagnetan ekstrinsik yang mencapai 90-100 % nilai intrinsiknya yaitu lebih dari 0,8 T untuk nilai remanen. Kemajuan sifat kemagnetan dari material magnet permanen atau magnet keras (*hard magnet*) tidak dapat dipisahkan dari peran pengembangan magnet tidak permanen atau magnet lunak (*soft magnet*). Material magnet tidak permanen seperti α -Fe, Co, maupun paduan Fe-Co memiliki keunggulan berupa magnetisasi jenuh (J_s) yang tinggi mencapai lebih dari 2 Tesla^[13]. Keunggulan nilai J_s ini tidak diikuti dengan sifat-sifat magnet lainnya seperti remanen (B_r) dan koesivitas intrinsik (jH_c). Di samping itu material magnet tidak permanen (*soft magnet*) tersebut sangat lunak (*ductile*) sehingga sulit diperlakukan secara mekanik. Potensi sifat kemagnetan tersebut menjadi peluang dalam pemanfaatan material magnet tidak permanen (*soft magnet*) untuk pengembangan magnet permanen sistem komposit.

Tabel 1.1. Perkembangan magnet permanen 100 tahun terakhir^[13]

Magnet	jH_c [kA/m]	$(B.H)_{max}$ [kJ/m ³]	Year
Magnetic Steels	1	2	1890
AlNiCo	10	15	1940
AlNiCo	100	90	1955
Hardferrites	200	20	1960
SmCo 1:5	1000	200	1975
SmCo 2:17	2000	260	1982
Nd-Fe-B	1000	300	1984
(Nd,Dy)-(Fe,Co)-B:M1,M2	1500	420	1990

Berdasarkan tabel 1.1 di atas kegiatan penelitian pada 100 tahun terakhir dimana berdasarkan berbagai publikasi bahwa arah pengembangan penelitian terfokus pada penemuan senyawa-senyawa baru. Hal ini menunjukkan bahwa seolah-olah jenis-jenis senyawa magnetik baru menjadi sangat mendesak untuk diteliti dan dikembangkan. Namun demikian tidak halnya pada awal milenium ketiga dimana berdasarkan berbagai publikasi hasil penelitian material magnetik, arah pengembangan penelitian bahan magnet lebih terfokus pada rekayasa struktur dari material magnetik yang pernah

dikembangkan sebelumnya. Penerapan teknologi nano (*nanotechnology*) dalam preparasi material magnetik menjadi alternatif dalam rekayasa material magnetik. Penerapan teknik rekayasa modern ini telah membuka peluang baru untuk memperoleh magnet dengan sifat yang sangat unggul misalnya saja fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang memiliki nilai rapat energi maksimum $(\text{BH})_{\text{maks}}$ sebesar 512 kJ.m^{-3} ^[14-15]. Nilai ini dimungkinkan rekayasa untuk menghasilkan magnet dengan nilai $(\text{BH})_{\text{max}}$ sebesar mendekati 1 MJ.m^{-3} ^[16-17].

Oleh karena itu dalam penelitian ini dilakukan pengembangan material magnet permanen berbasis logam tanah jarang sistem RE-TM-B dengan melibatkan material magnet tidak permanen melalui rekayasa struktur berupa pembuatan magnet permanen nano komposit dengan rute pepaduan secara mekanik (*mechanical alloying*).

1.2. Tujuan Penelitian

Berdasarkan dari latar belakang, arah penelitian dan pengembangan material magnetik adalah pada eksplorasi rekayasa struktur material melalui teknik pepaduan secara mekanik (*mechanical alloying*) untuk memperoleh sifat kemagnetan yang unggul. Desain struktur berskala nanometer dan komposisi melalui rekayasa struktur serta kajian hasil-hasil karakterisasi sifat material diharapkan diperoleh material magnet baru dengan sifat kemagnetan yang optimal. Secara bertahap, tujuan penelitian ini dapat disebutkan sebagai berikut :

- a. Mensintesis paduan berupa *ingot* material magnetik sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai magnet permanen dan Fe_3Si sebagai magnet tidak permanen melalui mekanisme pencetakan (*casting*)
- b. Optimalisasi struktur dan pembentukan fasa magnet keras $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan magnet lunak Fe_3Si .

- c. Mensintesis material magnetik komposit sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$. melalui metode pemaduan secara mekanik (*Mechanical Alloying*)
- d. Optimalisasi sifat kemagnetan seperti remanen (B_r), koersivitas (iH_c), densitas energi $(BH)_{\text{maks}}$, temperatur curie (T_c) dari material magnet komposit.

1.3. Pembatasan Masalah

Dalam penelitian ini dilakukan penyiapan bahan dasar material magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si berupa *ingot* yang diperoleh dari proses peleburan dengan menggunakan tungku peleburan (*arc melting furnace*) dalam suasana gas argon sehingga terhindar dari proses oksidasi. Paduan *ingot* material magnetik yang diperoleh berupa plat tebal 2 mm dan silinder berdiameter 5 mm hasil dari proses pencetakan.

Analisis struktur dengan menggunakan difraksi sinar-x (XRD) dengan interval 2θ antara $15^\circ - 105^\circ$ dan foto dari *scanning electron microscope* (SEM) serta *optical microscope* (OM) pada paduan *ingot* material magnetik dilakukan untuk memastikan telah terbentuknya fasa dan struktur dari material magnetik.

Sintesis material magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at.%) dilakukan sebagai acuan bahwa proses perlakuan panas berupa *sintering* dan *annealing* dalam kondisi inert bebas oksida sudah memenuhi dalam pembuatan material magnet permanen. Dalam sintesis material magnet komposit sebagai langkah rekayasa struktur dalam penelitian ini digunakan magnet keras (*hard magnet*) $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan magnet lunak (*soft magnet*) Fe_3Si dengan komposisi 10%, 20%, 30%, dan 40% volume agar terjadi peningkatan sifat kemagnetan. Proses pemaduan secara mekanik (*mechanical alloying*) untuk magnet komposit tersebut digunakan *vibration ball mill* (VBM) dengan wadah sampel (*vial*) dalam suasana inert. Proses penghalusan serbuk material magnet komposit dengan VBM selama 30 jam diharapkan diperoleh serbuk berukuran skala nanometer.

1.4. Hipotesa

Rekayasa struktur dalam penelitian ini terhadap material magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si dalam bentuk material magnet komposit diharapkan terjadi peningkatan sebagai berikut

:

- a. Proses penghalusan secara mekanik terhadap serbuk magnet komposit dapat menghasilkan serbuk yang memiliki beberapa kristal dengan ukuran kristal pada skala nanometer. Hal ini dikarenakan sifat mekanik dari kedua material tersebut yang sangat getas (*brittle*) sehingga mudah diperlakukan mekanik.
- b. Dengan perlakuan panas berupa *sintering* dan *annealing* terhadap serbuk halus magnet komposit berupa padatan diharapkan terjadi densifikasi antara butir-butir (*grains*) $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si .
- c. Dengan menggunakan *vibration ball mill* (VBM) untuk proses penghalusan material magnet komposit hasil perlakuan panas diharapkan terbentuk serbuk magnet yang terdiri dari butir $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si pada skala nanometer.
- d. Peningkatan sifat kemagnetan pada magnet komposit.

BAB II STUDI LITERATUR

2.1. Teori Kemagnetan

2.1.1. Medan Magnet Bahan

Secara mikroskopis di dalam bahan magnet terdapat arus-arus kecil. Arus-arus kecil tersebut disebabkan oleh gerak elektron mengelilingi inti atau gerak elektron pada sumbunya (spin). Sedangkan secara mikroskopis, dalam bahan magnet terdapat dipol-dipol magnet. Arah dipol-dipol magnet ini adalah acak sehingga saling meniadakan. Seperti halnya bahan yang dipengaruhi oleh medan listrik akan terjadi polarisasi, maka bahan yang dipengaruhi medan magnet juga melakukan respon terhadap medan magnet luar tersebut, respon itu disebut polarisasi magnetik atau magnetisasi, sehingga dipol-dipol yang sebelumnya acak membentuk barisan dipol-dipol magnet yang teratur seolah-olah terbentuk pengkutuban magnet.

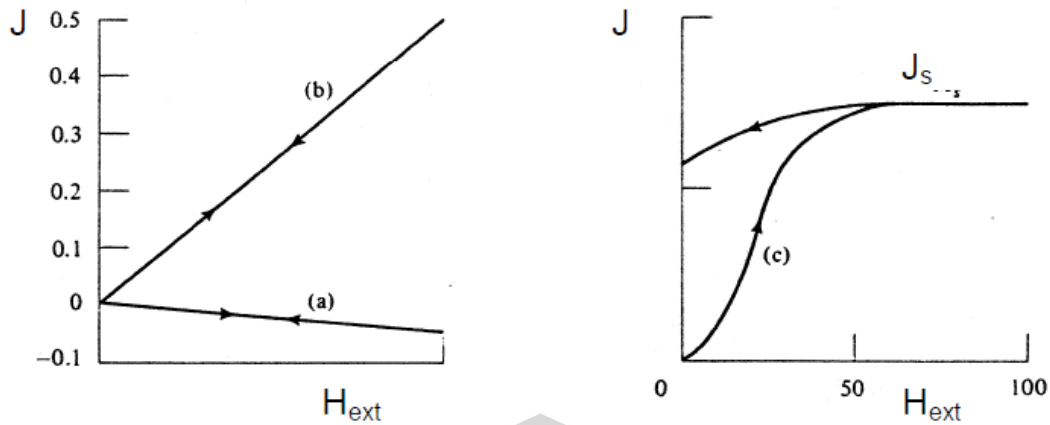
Magnetisasi (\vec{M}) didefinisikan sebagai momen dipol magnet (\vec{m}) persatuan volume, dan ditulis sebagai berikut:

$$\vec{M} \equiv \frac{\sum \vec{m}}{V} \quad \text{atau} \quad (2.1)$$

$$d\vec{m} = \vec{M}dV \quad \text{sehingga} \quad (2.2)$$

$$\vec{m} = \int_{\text{volume}} \vec{M}dV \quad (2.3)$$

Magnetisasi \vec{M} akan berbeda-beda sesuai dengan jenis bahan yang dimagnetisasi, berikut ini tipe magnetisasi dari masing-masing bahan magnet.



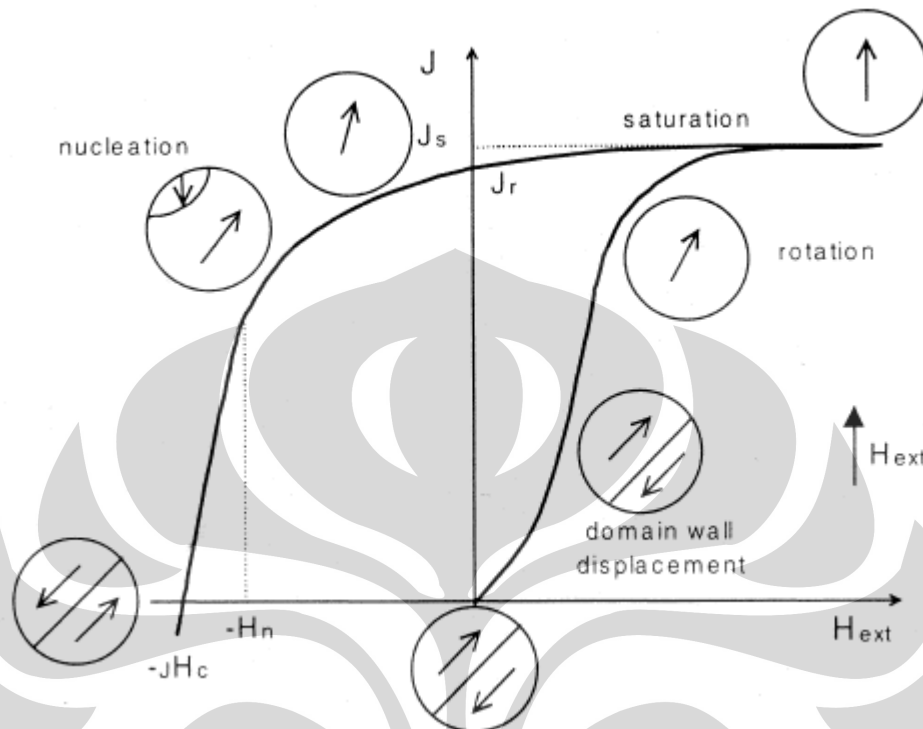
Gambar 2.1. Kurva tipe magnetisasi dari bahan (a). Diamagnetik, (b). Paramagnetik dan (c). Ferromagnetik. ^[13]

Dari gambar di atas terlihat ada perbedaan terhadap respon kemagnetan J dalam tesla akibat medan magnet luar yang diberikan H_{ext} dalam kA/m dari tiga jenis bahan yang berbeda yaitu diamagnetik, paramagnetik, dan ferromagnetik. Bahan diamagnetik arah magnetisasinya negatif, karena untuk bahan diamagnetik tidak memiliki dipol magnetik, sedangkan untuk bahan paramagnetik ketika ditempatkan dalam medan luar H , maka bahan tersebut akan mengalami magnetisasi yang besarnya sebanding dengan medan luar yang diberikan, tetapi ketika medan luar dihilangkan maka nilai magnetisasinya akan sama dengan nol. Berbeda dengan bahan ferromagnetik, medan luar H yang diberikan akan direspon sehingga terjadi magnetisasi jenuh (J_s) dan ketika medan luar dihilangkan bahan akan mengalami magnetisasi permanen atau disebut remanen sehingga pola yang dihasilkan berupa kurva histerisis.

2.1.2. Kurva Histerisis dan Proses Magnetisasi

Jika suatu material ditempatkan dalam medan magnet H_{ext} , maka material tersebut akan mulai mengalami magnetisasi (J) yang sedemikian rupa hingga pada suatu

saat bahan akan mencapai *titik magnetisasi saturasi* (gambar 2.2), yakni penambahan medan magnet luar tidak lagi menyebabkan perubahan magnetik pada material tersebut.



Gambar 2.2. Proses magnetisasi bahan magnet yang menghasilkan kurva loop histeresis^[13]

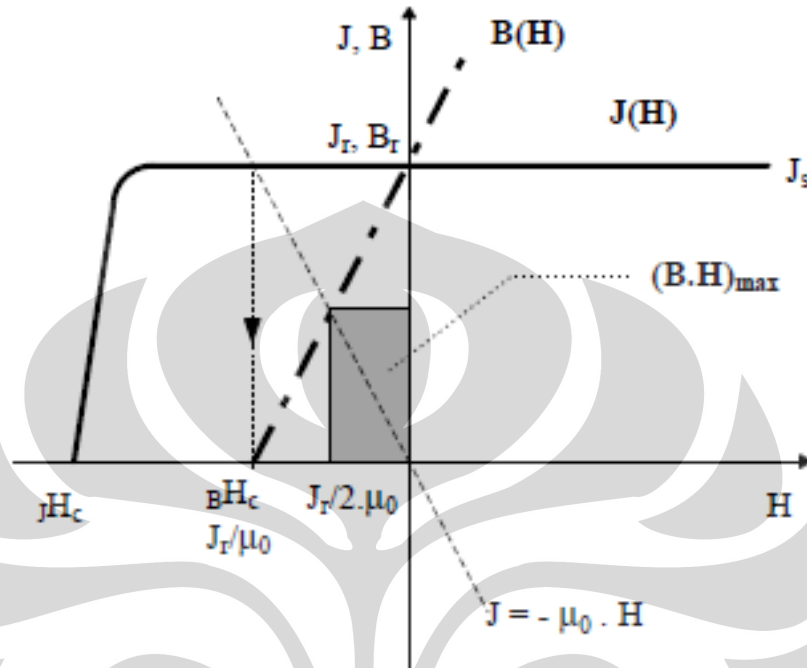
Apabila medan luar tersebut dikurangi sampai medan magnet luar nol ($H_{\text{ext}}=0$), material tersebut tidak langsung *terdemagnetisasi* ($B=0$), melainkan tetap termagnetisasi sebesar B_r . Harga B_r ini disebut *remanen* material tersebut. Untuk dapat menghilangkan atau menurunkan harga B_r diperlukan suatu medan balik jH_c sedemikian rupa sehingga $B_r=0$, medan balik itu disebut *koersivitas*. Siklus ini dapat diulang dengan membuat H_{ext} lebih negatif atau membalik kembali arah medan magnet sehingga diperoleh suatu siklus tertutup yang disebut kurva histeresis.

Produk kerapatan fluks, B dan medan H , dikenal sebagai rapat energi, yang merupakan parameter untuk mengukur suatu material magnetik. Untuk menentukan rapat energi diperlukan informasi tentang loop histeresis magnetnya. Makin tinggi

koersivitas pada kurva loop histerisis, makin gemuk dan makin besar rapat energinya.

Untuk kasus *demagnetisasi linier* dengan asumsi tidak terjadi polarisasi sampai medan

balik ($J_s = J_r = B_r$) maka nilai rapat energi maksimumnya $(BH)_{maks}$ adalah:



Gambar 2.3. Rapat energi maksimum material magnet berdasarkan kuadran kedua pada kurva loop histerisis

Pada kasus diatas:

$$J = J_s = J_r = B_r$$

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{J} \quad (2.4)$$

$$\vec{B}\vec{H} = \mu_0 \vec{H}^2 + \vec{J}\vec{H} \quad (2.5)$$

dimana \vec{J} adalah polarisasi magnetik.

$(BH)_{maks}$ terjadi jika diferensial $\vec{B}\vec{H}$ terhadap \vec{H} adalah nol

$$\frac{d(\vec{B}\vec{H})}{d\vec{H}} = 0$$

$$0 = 2\mu_0 \vec{H} + \vec{J}$$

$$\vec{H} = \frac{-\vec{J}}{2\mu_0} \quad (2.6)$$

Substitusi pers (2.6) ke pers (2.5)

$$\vec{B}\vec{H} = \mu_0 \left(-\frac{\vec{J}}{2\mu_0} \right)^2 + \vec{J} \left(-\frac{\vec{J}}{2\mu_0} \right)$$

$$\vec{B}\cdot\vec{H}_{\text{max}}^{\text{teori}} = -\frac{1}{4\mu_0} \cdot J_r^2 \quad (2.7)$$

Tanda negatif pada persamaan diatas menyatakan energi yang tersimpan dalam bahan. Asumsi dari hipotesis kasus tersebut adalah jika sebuah magnet permanen yang mengandung besi murni ($B_r \approx 2 \text{ T}$), maka limit tertinggi dari rapat energinya $(BH)_{\text{maks}} \approx 800 \text{ kJ/m}^3$ (sesuai dengan persamaan 2.7).^[13]

2.2. Material Magnet

2.2.1. Perkembangan Magnet Permanen

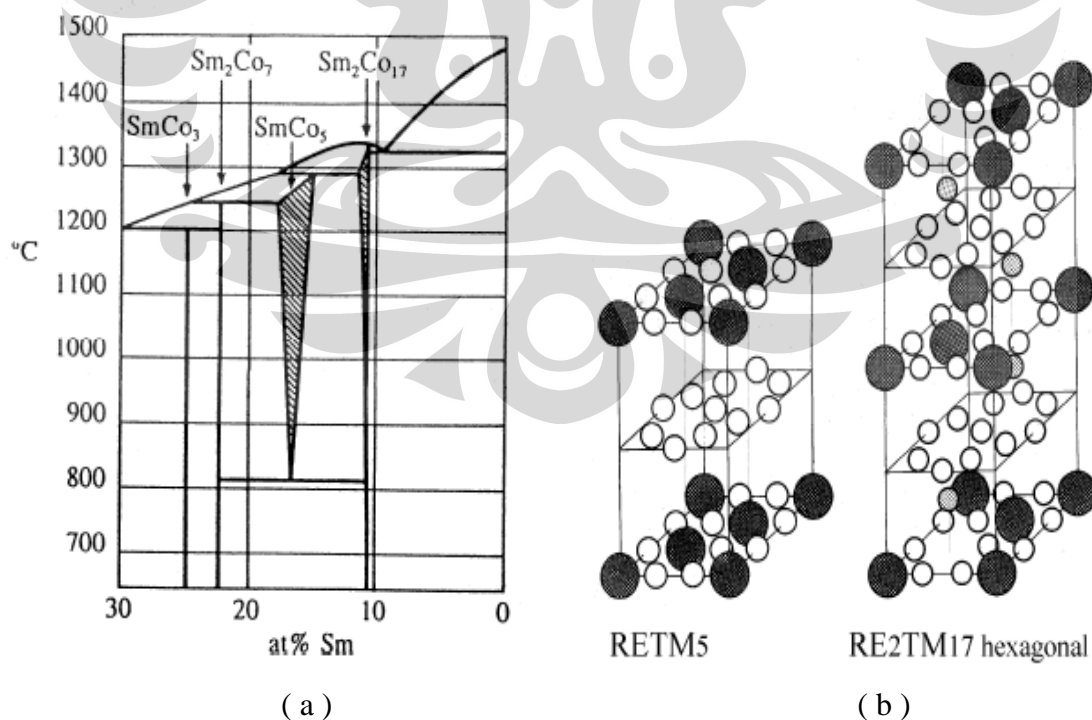
Pengembangan magnet permanen dimulai dari digunakannya material baja dengan kandungan karbon sampai dengan 6 % berat^[18], kemudian dilanjutkan dengan ditemukannya jenis material magnet AlNiCo yang awalnya ditemukannya paduan yang terdiri dari Fe 58 %, Ni 30 %, dan Al 12 % berat oleh Mishima pada tahun 1931 yang memiliki medan koersivitas 40 kA/m. Peningkatan sifat kemagnetan terus dilakukan dengan ditemukannya paduan FeCrCo, sampai pada akhirnya material magnet jenis keramik yaitu hardferrite dengan komposisi $(\text{Ba,Sr})\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ ditemukan yang sampai saat ini masih terus digunakan (tabel 2.1).

Tabel 2.1. Pengembangan sifat kemagnetan berbagai jenis magnet permanen^[13]

Magnet	B_r [T]	H_c [kA/m]	$(B.H)_{\text{max}}$ [kJ/m^3]	T_c [$^{\circ}\text{C}$]
Hardferrites	0.35	320	25	450
AlNiCo5	1.30	65	60	850
FeCrCo	1.30	65	60	850
AlNiCo8	0.85	145	55	850
SmCo 1:5	0.90	3500	200	720
SmCo 2:17	1.15	3000	260	820
Nd-Fe-B	1.40	2000	420	310

Akhirnya secara signifikan perkembangan magnet permanen dengan sifat-sifat yang unggul ditemukan dengan komposisi yang terdiri dari unsur logam tanah jarang (*rare earth*) SmCo_5 dan $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$.

Paduan (*alloy*) logam tanah jarang (*rare earth alloys*) ini adalah grup campuran intermetalik yang terdiri dari satu atau lebih transisi logam 3d (TM) dengan elemen-elemen grup tanah jarang (RE). Kemagnetan dari *alloy* tersebut adalah hasil dari interaksi (*coupling*) antara momen-momen magnet TM dan RE^[19]. Paduan biner dari tanah jarang secara umum mempunyai bentuk $\text{RE}_2\text{TM}_{17}$, RETM_5 atau RE_2TM_7 . Dimana RE dapat dimungkinkan dari unsur-unsur tanah jarang seperti Ce, Pr, Nd, Sm, dan Y. Alloy SmCo_5 sejauh ini lebih baik dari kemungkinan yang lainnya^[20]. Berdasarkan diagram fasa sistem biner dari samarium cobalt (Sm-Co) (gambar 2.4.a) terdapat enam fasa yang dapat terbentuk dengan kandungan cobalt (Co) antara 67-89 persen atom (% at) yaitu SmCo_2 , SmCo_3 , Sm_2Co_7 , $\text{Sm}_5\text{Co}_{19}$, SmCo_5 , $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$.



Gambar 2.4. (a) Diagram fasa sistem biner untuk Sm-Co.

(b). Struktur kristal sistem RETM_5 dan $\text{RE}_2\text{TM}_{17}$.^[13]

Magnetisasi jenuh untuk fasa SmCo_5 adalah 1,07 T dan memberikan nilai optimal dari rapat energi maksimum $(\text{BH})_{\text{maks}}$ 112-192 KJ.m^{-3} . Temperatur curie memiliki nilai yang tinggi yaitu mendekati 700-750° C. Paduan Sm-Co memiliki keunggulan pada nilai temperatur curie (T_c) yang cukup tinggi bila dibandingkan paduan Nd-Fe-B, sehingga memiliki kestabilan yang lebih baik untuk aplikasi pada kondisi temperatur tinggi. Sedangkan koersivitas (jH_c), remanen (B_r), rapat energi maksimum $(\text{BH})_{\text{maks}}$, dan magnetisasi total (M_s) cenderung kecil.

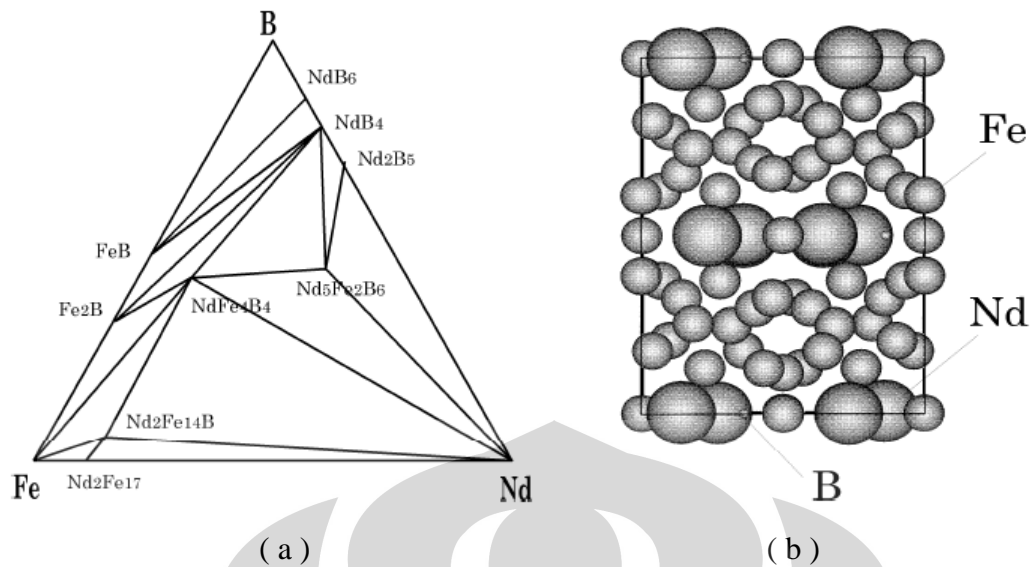
Penelitian terakhir terhadap penemuan komposisi baru material magnetik adalah ketika untuk pertama kalinya dua kelompok peneliti terpisah memperkenalkan penemuannya tentang fasa magnetik baru berbasis logam tanah jarang dan transisi (RE-TM-B). Sagawa dkk^[2] dari kelompok peneliti Sumitomo Special Metals memperkenalkan magnet permanen Nd-Fe-B yang diproses melalui rute sintering atau *Powder Metallurgy*, sedangkan Croat dkk^[3] dari kelompok peneliti General Motors memperkenalkan magnet permanen jenis yang sama yang diproses melalui rute *Rapid Solidification*.

2.2.2. Magnet Permanen Sistem Nd-Fe-B

Penemuan tentang fasa magnetik baru berbasis logam tanah jarang dan transisi (RE-TM-B) oleh Sagawa dkk^[1-2] dari kelompok peneliti Sumitomo Special Metals yang memperkenalkan magnet permanen jenis baru dengan komposisi Nd-Fe-B yang diproses melalui rute sintering atau *Powder Metallurgy*, sedangkan Croat dkk^[3] dari kelompok peneliti General Motors memperkenalkan magnet permanen jenis yang sama yang diproses melalui rute *Rapid Solidification*. Material magnet permanen yang diperkenalkan tersebut dua-duannya berbasis fasa utama $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Sejak fasa magnetik baru tersebut diperkenalkan, banyak perhatian para peneliti tercurah pada fasa magnetik

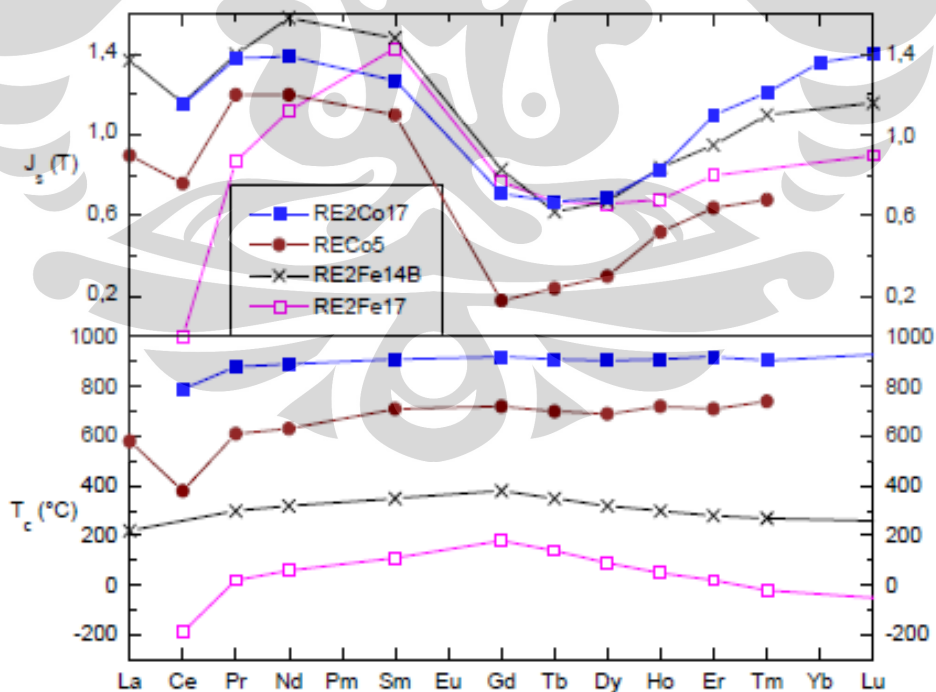
tersebut dan sejak saat itu penelitian magnet permanen dalam 20 tahun belakangan ini terbukti terkonsentrasi pada pengembangan magnet permanen Nd-Fe-B. Hal ini tidak mengherankan mengingat fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ secara intrinsik memiliki sifat-sifat terutama sifat kemagnetan yang unggul antara lain medan anisotropi yang tinggi $\sim 7,8$ T, magnetisasi total yang tinggi $\sim 1,6$ T^[3,13]. Kedua besaran intrinsik ini memberikan peluang bagi material untuk memiliki densitas energi magnet yang sangat tinggi ~ 512 kJ.m⁻³. Nilai teoretikal untuk magnet isotrop sebenarnya telah dapat dicapai melalui teknik *melt spinning* oleh Croat dkk dimana nilai 112 kJ.m⁻³ (nilai teoritis untuk orientasi random, isotrop) untuk densitas energi magnet dengan mudah dicapai Sedangkan untuk nilai teoretikal 512 kJ.m⁻³ telah didekati mencapai 80 % dengan proses konvensional *sintering*.

Penemuan material magnet permanen kelas baru yang terdiri dari elemen Nd, Fe, dan B oleh Sagawa et.al^[1-2] sebagaimana ditunjukkan pada gambar 5.a, telah menjadi perhatian para peneliti material magnet. Material magnet ini dengan komposisi $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ memiliki struktur kristal tetragonal yang tersusun 4 unit dengan grup ruang $P4_2/mnm$ memiliki jumlah total atom 68 yang terdiri dari 56 atom Fe, 8 atom Nd, dan 4 atom B^[3] (gambar 2.5..b.)^[13]. Material ini memiliki sifat magnet yang sangat baik dengan remanen (Br) 1,23 T, koersivitas intrinsik (iHc) 960 kA/m, temperatur curie (Tc) 588 K, magnetisasi total 1,59 T dan rapat energi atau produk energi maksimum 290 kJ/m³^[1-2] yang diukur pada temperatur kamar.



Gambar 2.5. (a). Penampang melintang digram fasa Nd-Fe-B untuk isothermal 800⁰C. (b). Struktur unit sell Nd₂Fe₁₄B untuk bidang [001].^[13]

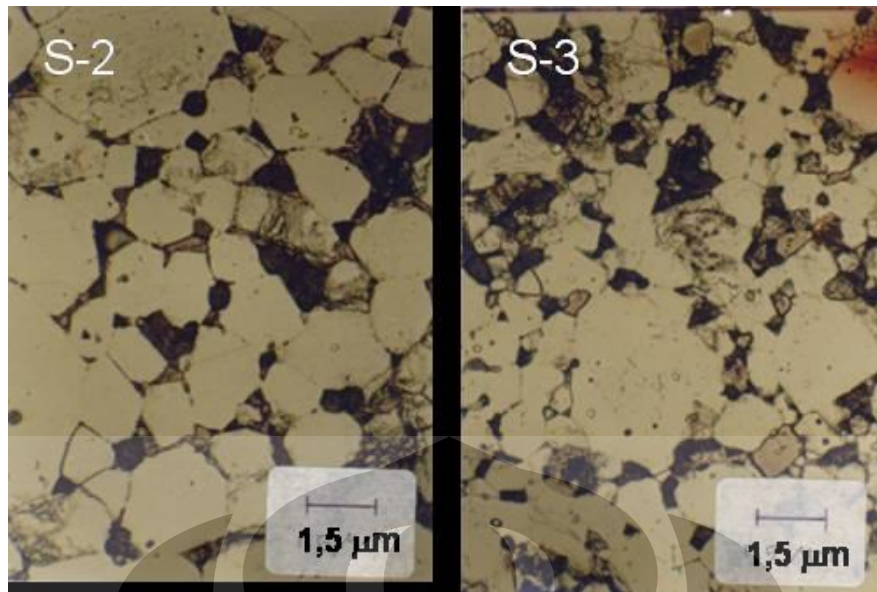
Beberapa penelitian telah dilakukan dengan mensubstitusi elemen lain terhadap material magnet komposisi RE₂(Fe,Co)₁₄B dan RE₂(Fe,Co)₁₇. Substitusi Co terhadap Fe dengan jumlah tertentu mampu meningkatkan temperatur curie (T_c)^[21].



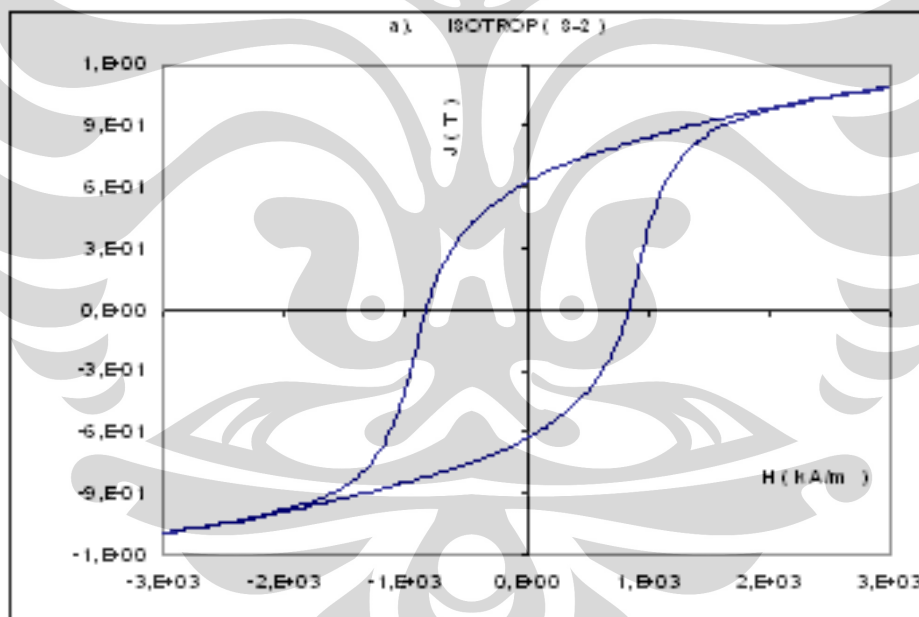
Gambar 2.6. Nilai temperatur Cure (T_c) dan magnetisasi saturasi pada material magnet komposisi RE₂(Fe,Co)₁₄B^[13].

Substitusi Cr, Mn, dan Ru terhadap Fe menurunkan temperatur curie secara bervariasi sebagaimana yang telah diteliti oleh Yang et.al. dan Ku et.al. [22-23]. Secara umum untuk optimalisasi magnet sinter $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ada dua hal yang menjadi perhatian. Pertama, meningkatkan sifat-sifat intrinsik dari fasa magnet keras $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dengan cara mensubstitusi elemen-elemen seperti Co terhadap Fe dan Dy pada Nd^[24]. Kedua, peningkatan struktur mikro yang terfokus pada skala mikro struktur seperti distribusi fasa, distribusi ukuran butir, porositas, tingkat penyearahan permukaan butiran fasa magnet keras, serta skala nanometer seperti struktur mikro dari fasa yang kaya akan Nd, daerah batas butir, dan struktur dari permukaan butir fasa magnet.

Proses sintesis material magnet permanen $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ melalui metode metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) terdiri dari beberapa langkah yaitu peleburan (*melting*), penggerusan kasar (*pre-milling*), penggerusan halus (*fine milling*), pemadatan (*pressing*), perlakuan panas (*heat treatment/sintering and annealing*) suasana bebas oksida dengan proses pendinginan secara cepat (*quench*)^[8]. Material magnet komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at %) sebagai magnet sinter yang merupakan hasil dari proses metalurgi serbuk memiliki dua fasa yaitu $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai fasa mayor dan Nd sebagai fasa minor atau fasa kedua sebagai konsekuensi dari komposisi tersebut. Komposisi tersebut merupakan syarat dari magnet sinter. Struktur mikro dan kuva berupa loop histerisis magnet sinter komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at %) terlihat pada gambar 2.7 dan gambar 2.8 berikut.



Gambar 2.7. Struktur mikro magnet sinter komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at %) memiliki dua fasa yaitu $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (putih) sebagai fasa mayor dan Nd (hitam) sebagai fasa kedua. ^[25]



Gambar 2.8. Kurva loop histerisis magnet sinter komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at %) ^[26]

Sifat kemagnetan yang diturunkan dari kurva loop histerisis dapat diperoleh nilai remenen sebesar 0,62 T dan koersivitas 834 kA/m yang menunjukkan sifat dari magnet permanen.

2.2.3. Material Magnet Tidak Permanen

Material magnet tidak permanen atau yang disebut dengan magnet lunak (*soft magnet*) berbeda dengan magnet permanen (*hard magnet*) dari sifat-sifat kemagnetannya. Perbedaan sifat kemagnetan antara magnet lunak dan magnet keras dapat ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel 2.2. Perbedaan sifat-sifat kemagnetan antar magnet lunak (*soft magnet*) dan magnet keras (*hard magnet*)^[13]

	<i>Soft magnetic material</i>	<i>Hard magnetic material</i>
Saturation magnetisation	As high as possible (0.8 – 2T)	As high as possible (0.2 – 1.5T)
Coercive force	As low as possible (< 100 A/m)	As high as possible (80 – 400 kA/m)
Permeability	As high as possible 10000 – 200000	Not important
Losses	As low as possible, frequency dependence	Area of loop \cong stored energy as high as possible
Shape of loop	Important because determines application	Important and should be rectangular
Remanence	Not important	as high as possible
Conductivity	Determines ac-losses	Important for magnetising procedure

Unsur-unsur yang termasuk material magnet lunak seperti Fe, Co, dan Ni. Pengembangan paduan (*alloy*) material magnet lunak telah dilakukan seperti paduan Fe-Co, Fe-Ni, dan Fe-Si yang menghasilkan sifat-sifat kemagnetan yang berbeda.

Tabel. 2.3. Sifat-sifat kemagnetan berbagai jenis paduan magnet lunak (*soft magnet*)^[13]

Material	J_s (T)	H_c (mA/cm)
Fe-Co 50% Co	2,35	800
Fe	2,15	100 - 1000
Fe-Si 3% Si	2,0	80
Fe-Ni 36% Ni	1,30	160
50% Ni	1,60	50
80% Ni	0,80	4
Fe ₈₀ B ₂₀ Fe ₈₀ Si ₅ B ₁₅	1,5 - 1,7	20 - 100
Fe ₄₀ Ni ₄₀ P ₁₄ B ₆ Fe ₄₀ Ni ₄₀ Mo ₂ B ₁₈	0,7 - 1,0	5 - 50
Co ₇₀ Fe ₅ Si ₁₅ B ₁₀ Co ₅₀ Ni ₂₀ Fe ₅ Si ₁₅ B ₁₀	0,5 - 0,8	3 - 20

Nilai magnetisasi saturasi yang tinggi seperti paduan Fe-Co dan Fe-Si menjadi peluang untuk dikembangkan menjadi bahan aditif (*filler*) dalam pembuatan magnet komposit di mana magnet keras sebagai matrik.

2.3. Perkembangan Magnet Permanen Komposit

Perkembangan penelitian tentang magnet permanen logam tanah jarang banyak mengarah kepada jenis yang dikenal sebagai "nanocomposite magnet"^[27-30]. Magnet permanen nano komposit yang merupakan campuran dalam skala nanometer dari fasa magnet keras dan telah menjadi menarik perhatian para peneliti magnet sebagai material

magnet kelas baru. Interaksi antar butir-bitir (*exchange coupling*) antara magnet lunak dan magnet keras menyebabkan vektor magnetisasi dari fasa magnet lunak mengarahkan fasa magnet keras, menghasilkan tingginya magnetisasi akibat fasa lunak dan tingginya koersivitas akibat dari fasa magnet keras. Oleh karena itu, di sisi lain magnet isotrop nano komposit dapat mencapai nilai remanen, M_r , lebih tinggi daripada $\frac{1}{2}$ Magnetisasi total atau jenuh (M_s) yang diperoleh untuk magnet keras fasa tunggal dan nilai produk energi maksimum yang besar dan cukup signifikan ^[31]. Magnet nanokomposit sebenarnya adalah pengembangan magnet nanokristal multi-fasa. Pertama sekali diperkenalkan oleh Coehoorn dkk di tahun 1989 dimana komposisi $Nd_{4,5}Fe_{77,5}B_{18}$ menghasilkan material 3-fasa dimana Fe_3B sebagai fasa utama (major phase) dan $Nd_2Fe_{14}B$ (sekitar 15 %) sebagai fasa kedua ditambah dengan fasa minor terdiri dari $\alpha-Fe$ ^[30]. Magnet tersebut memiliki remanen ~ 1.2 T tertinggi pada masa itu dan jauh diatas nilai yang diprediksi oleh teori Stoner Wohlfarth tetapi dengan koersifitas yang sangat rendah ~ 240 kA.m⁻¹ oleh karena fasa Fe_3B sebagai fasa utama bersifat lunak. Oleh karena itu meskipun nilai J_s magnet jenis tersebut sangat tinggi namun nilai koersifitas yang sangat rendah ini membatasi material magnet tsb untuk mencapai $(BH)_{max}$ yang tinggi dan pengembangan lanjut untuk eksploitasi komersil magnet jenis ini mendapat banyak hambatan. Jenis lain yang telah dikembangkan adalah *alloy* magnetik Nd-Fe-B kandungan Nd rendah diproses dengan teknik *melt spinning* dimana pita-pita alloy menunjukkan nilai remanen > 1.0 T dengan koersivitas yang lebih tinggi. Material memiliki fasa kedua (diamati sebagai partikel $\alpha-Fe$). Menarik untuk diperhatikan dari penelitian ini adalah partikel $\alpha-Fe$ adalah fasa magnet lunak tetapi loop histerial material ini menunjukkan jenis loop histeresis magnet keras. Hal ini dapat terjadi oleh karena interaksi antar fasa utama $Nd_2Fe_{14}B$ berlangsung melalui media fasa kedua magnet lunak $\alpha-Fe$ yang berukuran butir ultra halus $\sim 8-10$ nm, yaitu

jauh lebih kecil dibandingkan dengan panjang interaksi fasa lunak tsb (exchange length ~ 40 nm) ^[30]. Koersivitas magnet permanen Nd-Fe-B kandungan Nd rendah ini berkisar $\sim 500 - 1000$ kA.m⁻¹ jauh lebih besar dari nilai minimum ($J_s/2$) untuk mempertahankan $(BH)_{\max}$. Dengan demikian nilai $(BH)_{\max} > 160$ kJ.m⁻³ mudah dicapai. Nilai ini adalah 50 % lebih besar dari nilai $(BH)_{\max}$ magnet permanen Nd-Fe-B konvensional.

Selain metode pengerasan secara cepat (*rapid solidification*) *melt spinner*, baru-baru ini metode pemaduan mekanik (*mechanical alloying*), telah diterapkan dalam mensintesis magnet permanen nano komposit seperti Nd₂Fe₁₄B + α Fe, Nd₂Fe₁₄B + Fe₃B, dan Sm₂Fe₁₇B_x + α Fe ^[32-37]. Di samping itu Sm₂Fe₁₄B + Fe-Co telah disintesis dengan metode pemaduan mekanik dari serbuk-serbuk Sm, Co, dan Fe ^[27-28]. Karena metode pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) mempunyai keuntungan dalam hal terjadinya reaksi zat padat (*solid state reaction*) pada material material asal dan dapat diterapkan dalam sintesis material nano komposit mulai dari material dasar sampai material dengan komposisi yang berbeda ^[15].

Telah banyak hasil yang diperoleh dalam penelitian material magnet nano komposit seperti yang dilaporkan W. Kaszuwara et.al juga melaporkan bahwa penambahan Pb terhadap Nd₁₀Fe_(84-x)Pb_xB₆ (x= 0-6 % at) untuk 1,5 % Pb diperoleh nilai remanen 0,92 T yang di anil pada 650°C ^[29]. Efek penambahan sedikit Zr (2 % at) paduan Sm-Fe-Co juga secara signifikan dapat mempengaruhi penghalusan butir dan mempengaruhi sifat intrinsik dari material magnet ^[24]. Dari beberapa usaha optimalisasi sifat magnet material nano komposit tersebut dapat dikatakan bahwa material magnet kelas baru ini masih banyak peluang untuk mencapai tingkat yang lebih optimal.

Berdasarkan studi literatur, penelitian yang dilakukan adalah proses sintesis material magnet keras (*hard magnet*) sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan magnet lunak (*soft magnet*) sistem Fe_3Si sebagai bahan dasar dalam pembuatan magnet komposit berstruktur nanometer melalui rute pemaduan secara mekanik (*mechanical alloying*). Oleh karena ini penelitian ini mencakup :

1. Optimalisasi pembentukan fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si pada paduan *ingot* dengan menggunakan tungku busur peleburan (*arc melting furnace*)
2. Pengaruh perlakuan panas (*sintering* dan *annealing*) pada sintesis magnet komposit sinter terhadap pembentukan fasa magnetik.
3. Struktur mikro pada magnet sinter dan struktur nano pada serbuk magnet komposit sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ setelah proses penghalusan dengan menggunakan *vibration ball mill* (VBM)
4. Optimalisasi sifat kemagnetan magnet komposit sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$.

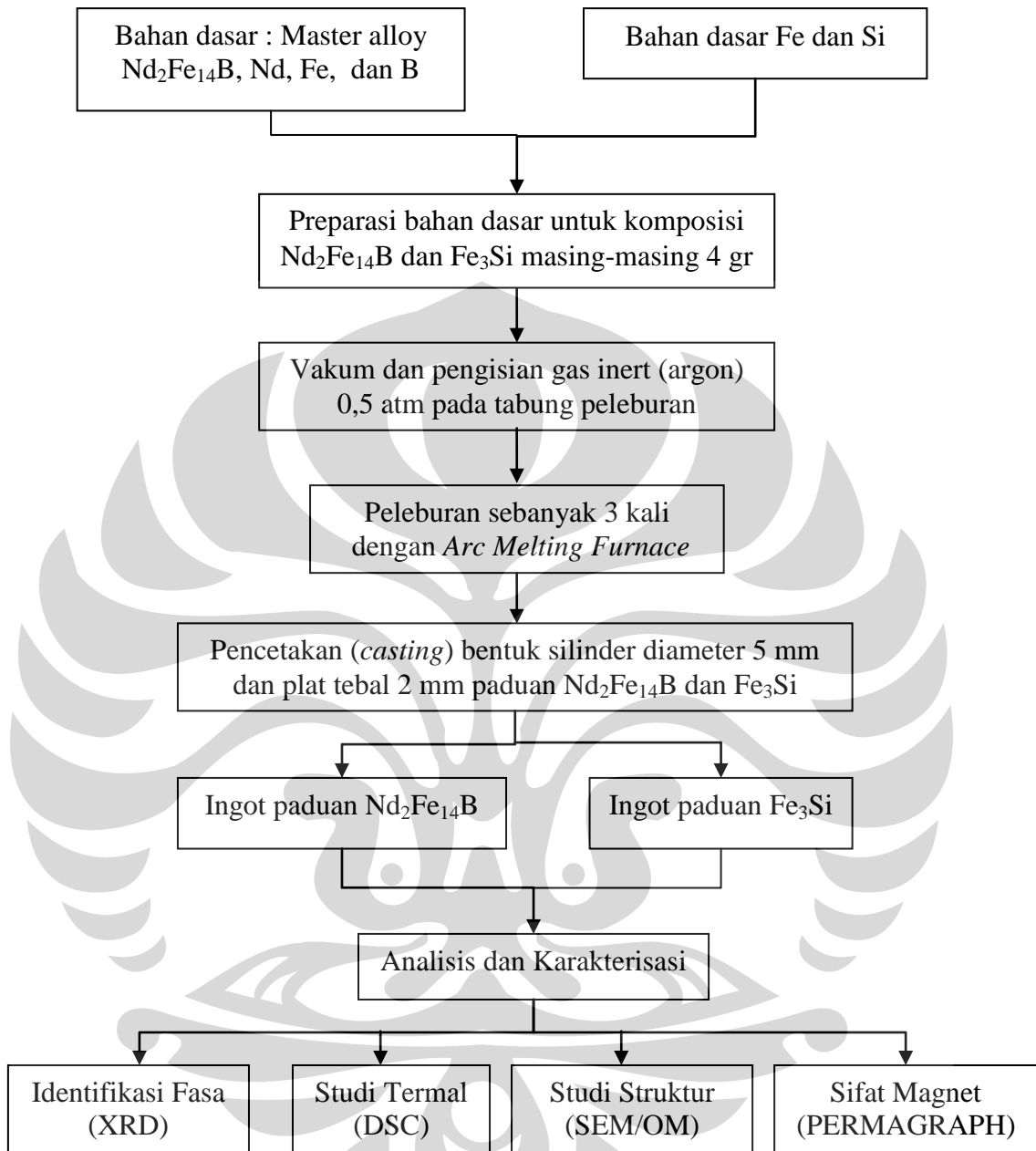
BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Rekayasa struktur pada material magnet diharapkan terbentuknya jenis material magnet baru dengan sifat-sifat yang lebih baik. Proses preparasi paduan magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si berupa *ingot* sebagai bahan dasar, sintesis magnet komposit sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$, penghalusan serbuk magnet komposit dengan perlakuan mekanik, dan sintesis magnet komposit berperekat berstruktur nanometer sebagai prototip magnet permanen, merupakan cakupan dalam penelitian ini.

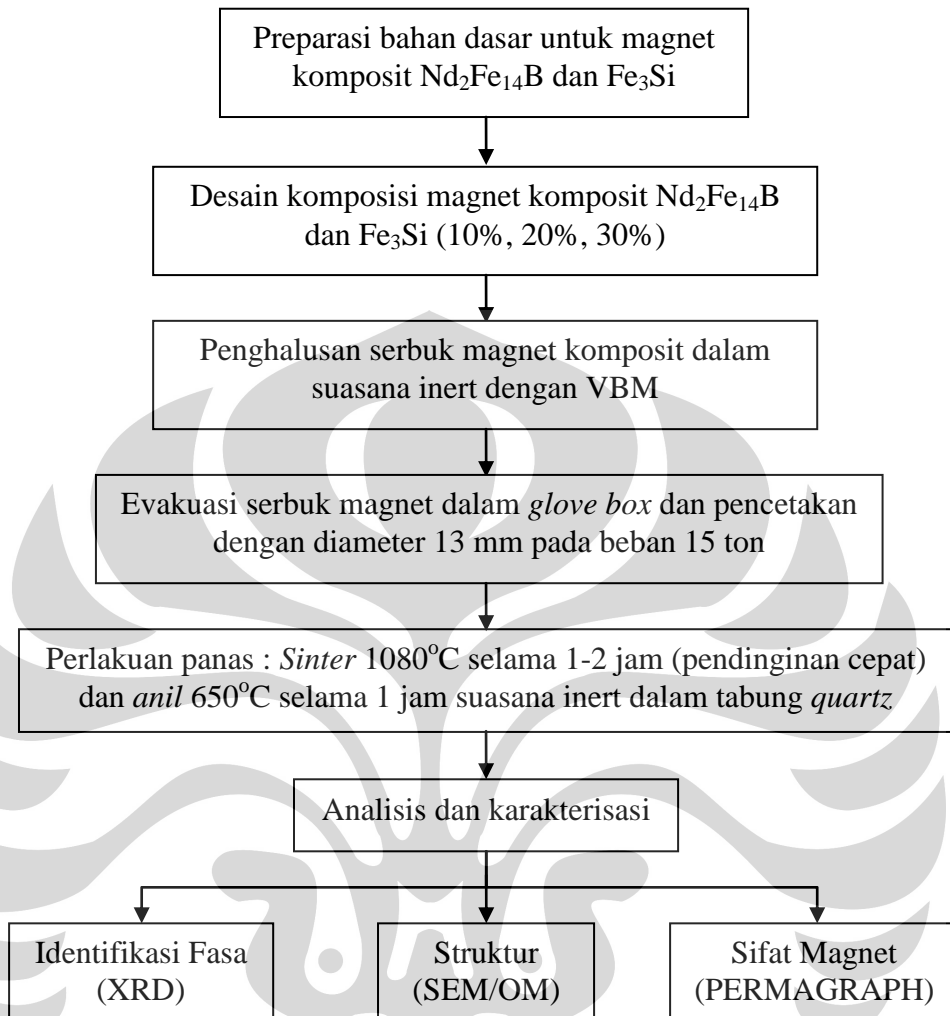
Karakterisasi struktur dengan SEM dan mikroskop optik, difraksi sinar-x (XRD) untuk identifikasi fasa magnet, analisis termal yaitu penentuan temperatur curie (T_c) dengan DSC, serta sifat kemagnetan dengan PERMAGRAPH pada medan magnet luar maksimum 2 T, dapat memberikan hasil optimal dalam penelitian ini baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Selengkapnya diberikan diagram alir kegiatan setiap langkah yang menjadi acuan dalam penelitian ini (gambar 3.1).

a. Preparasi *ingot* paduan magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si



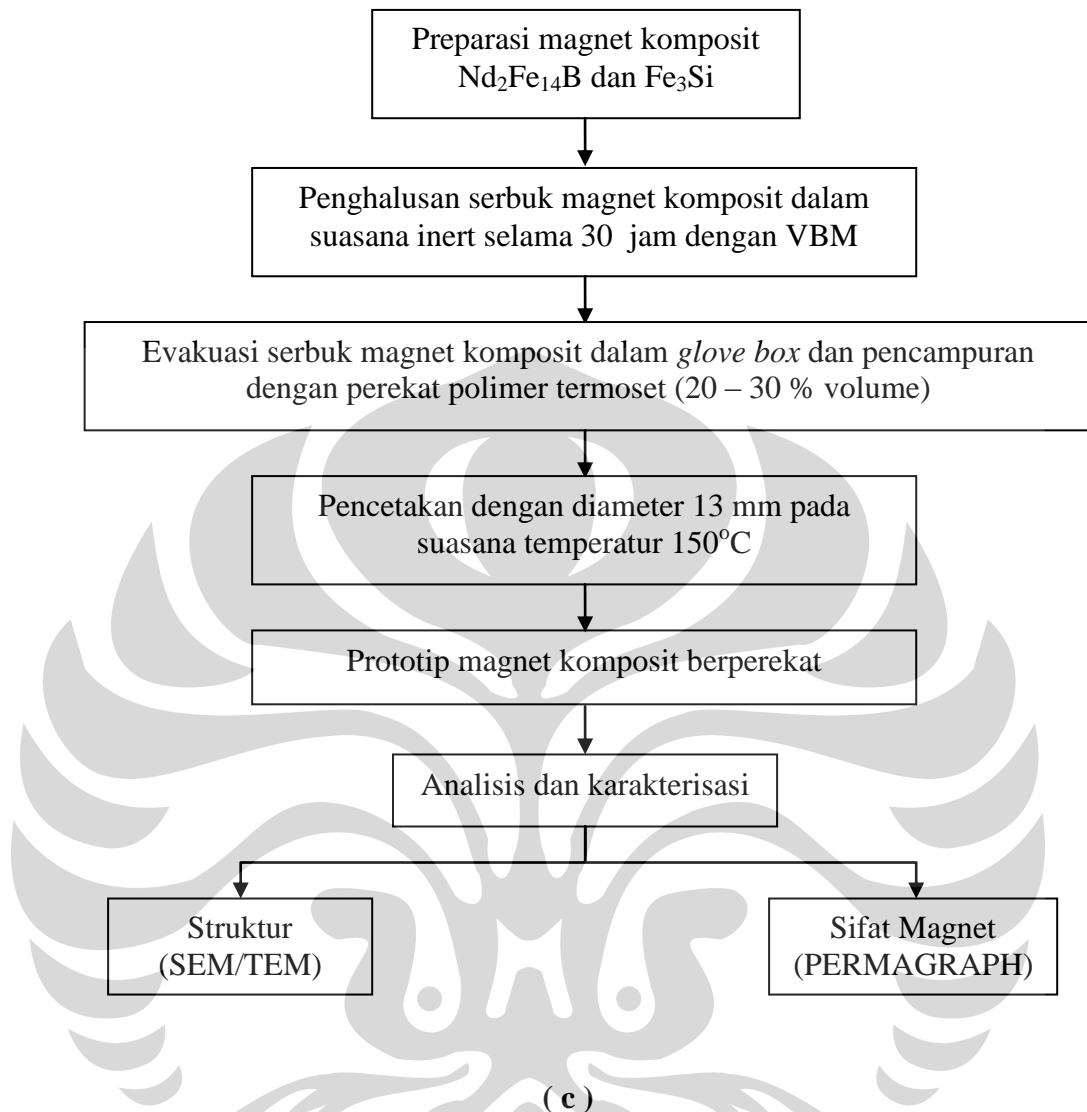
(a)

b. Sintesis magnet komposit sinter sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$



(b)

c. Sintesis magnet komposit berperekat



Gambar 3.1 . Diagram alir penelitian material magnet komposit sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$

Penelitian yang dilakukan terdiri dari tiga tahapan berikut :

a. Preparasi *ingot* paduan material magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si

Bahan dasar yang disiapkan berasal dari unsur-unsur pembentuk seperti Fe, Nd, B, dan juga master alloy Nd-Fe-B untuk membentuk paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan unsur-unsur Fe dan Si untuk paduan Fe_3Si . Masing-masing ditimbang dengan jumlah sesuai dengan perhitungan stoikiometri sehingga diperoleh massa

total 4 gr. Proses evakuasi udara dengan pompa vakum dan pencucian tabung peleburan dengan gas argon sebanyak 3 kali memastikan suasana tabung dalam keadaan inert bebas udara. Peleburan material magnet dalam tabung berisi gas argon dengan tekanan 0,5 atm dilakukan sebanyak 3 kali untuk homogenisasi dan optimalisasi pembentukan fasa magnet. Pencetakan leburan material magnet dalam bentuk silinder berdiameter 5 mm dan plat tebal 2 mm pada bahan tembaga memastikan terjadi pendinginan cepat sehingga fasa magnet dapat dipertahankan. Paduan material magnet berupa ingot dilakukan analisis dan karakterisasi struktur dan sifat kemagnetan.

b. Sintesis magnet komposit sinter sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$

Paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si berupa ingot disiapkan untuk membuat magnet komposit sinter dimana $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai *matrix* dan Fe_3Si sebagai *filler*. Proses pemaduan secara mekanik untuk kedua bahan tersebut dilakukan dengan VBM dalam suasana inert selama 10 jam untuk mencapai serbuk magnet berukuran kurang dari 1 μm . Evakuasi serbuk halus dilakukan dalam glove box dalam suasana gas nitrogen/argon pada tekanan 1 atm dan dilanjutkan pencetakan dengan tekanan pada beban maksimum 15 ton. Padatan serbuk magnet komposit (*green compact*) dimasukkan dalam tabung *quartz* yang divakum dengan dengan *rotary pump* dan *diffusion pump* sampai tekanan 10^{-3} torr diikuti dengan proses pencucian dengan gas argon (*flashing*) sebanyak 3 kali untuk memastikan tabung dalam keadaan *inert*. Material magnet komposit dalam tabung *quartz* dalam kondisi inert dengan tekanan gas argon 0,25 atm dilakukan proses perlakuan panas yaitu *sintering* pada suhu 1080°C selama 1-2 jam dengan pendinginan cepat (*quench*) dalam air dan dilanjutkan dengan

annealing pada suhu 650°C selama 1 jam. Hasil akhir berupa material magnet komposit sinter analisis dan karakterisasi dengan XRD, SEM/OM, PERMAGRAPH.

c. Sintesis magnet komposit berperekat

Material magnet komposit sinter dilanjutkan proses penghaluskan dengan menggunakan VBM selama 30 jam dalam suasana bebas oksida, diharapkan terbentuk serbuk halus yang terdiri dari butir-butir (*grains*) fasa magnet keras $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan magnet lunak Fe_3Si dengan ukuran pada skala nanometer. Serbuk halus ditambahkan perekat polimer termoset dengan variasi fraksi volume antara 20-30 % diharapkan terjadi kompromi antara sifat kemagnetan dan sifat mekanik. Pembuatan magnet komposit berperekat polimer dilakukan dengan metode penekanan panas (*hot pressing*) pada suhu 150°C. Analisis dan karakterisasi terhadap struktur dan sifat kemagnetan dilakukan untuk mengetahui tingkat optimalisasi magnet komposit berperekat sebagai prototip magnet permanen.

3.2. Preparasi Material Magnet

3.2.1. Elemen-elemen Penyusun

Elemen-elemen penyusun paduan magnet seperti Fe, B, Si dalam bentuk serbuk maupun padatan (*granular*) berasal dari produk *Merck* dengan kadar lebih dari 99 % dan Nd yang sangat rentan terhadap proses oksidasi memiliki kadar 99 % berasal dari *Johnson Mathey Product*. *Master alloy* $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ juga berasal dari *Johnson Mathey Product* berupa *ingot* digunakan dalam pembuatan paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (% at) dengan menggunakan *arc melting furnace*.

3.2.2. Pembuatan Ingot Nd₂Fe₁₄B dan Fe₃Si

Pembuatan ingot Nd₂Fe₁₄B diawali dengan menentukan fraksi berat dari elemen-elemen penyusun. Pembuatan Nd₂Fe₁₄B diperlukan Nd sebanyak 27 %, Fe 72 %, dan B 1 % berat. Sedangkan pembuatan Fe₃Si diperlukan Fe sebanyak 85,31 % dan Si 14,69 % berat. Jumlah yang diperlukan untuk peleburan dengan *arc melting furnace* adalah 4 gram. Tabung peleburan divakum dengan menggunakan *rotary pump* divariasikan dengan proses pencucian dengan gas argon untuk mengevakuasi udara dalam tabung. Peleburan elemen-elemen penyusun material magnet dalam tabung *inert* dengan *arc melting furnace* memastikan seluruh elemen melebur. Paduan dalam kondisi melebur didinginkan secara cepat melalui proses pencetakan (*casting*) dengan cara dialirkan pada target cetakan dengan menggunakan perbedaan tekanan udara. Ingot Nd₂Fe₁₄B dan Fe₃Si yang diperoleh berbentuk silinder berdiameter 5 mm dan plat tebal 2 mm sesuai dengan cetakan yang diinginkan

3.3. Pengukuran Material Magnet

3.3.1. Identifikasi Fasa Magnet

Pembentukan fasa magnet Nd₂Fe₁₄B dan Fe₃Si diketahui dengan menggunakan difraksi sinar-x atau *x-ray diffractometer* (XRD). Pengukuran XRD merk Phillips dengan 40 kV dan 30 mA serta interval sudut 2θ antara 15° sampai 105° pada material magnet yang disiapkan dalam bentuk serbuk atau padatan datar memastikan terdeteksinya bidang-bidang kristal (indeks *miller*)^[38] dari fasa magnetik. Penggunaan software APD^[39] untuk menentukan puncak-puncak difraksi (*peaks search*) dari bidang kristal. Bidang kristal yang terdeteksi akan diketahui jarak bidang kristal (d_{hkl}) berikut dengan intensitasnya. Analisis kualitatif dilakukan dengan mencocokkan hasil pengolahan dengan software APD dengan kartu data base (ICDD) sehingga diketahui

fasa magnet yang diharapkan. Analisis kuantitatif menggunakan metode rietveld dengan bantuan software GSAS (*General Structure Analysis System*)^[40] untuk menentukan fraksi berat dari dua fasa lebih yang terdeteksi.

3.3.2. Analisis Struktur Mikro

Evaluasi struktur mikro terhadap material magnet dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik atau *optic microscope* (OM) merk Zeiss dengan perbesaran maksimum 500 kali dan *scanning electron microscope* (SEM) merk JEOL tipe JSM-5310LV dengan Au *Fine Coater* tipe JFC-1200 dengan perbesaran maksimum 5000 kali. Material magnet yang akan diukur disiapkan dengan melalui proses uji metalografi meliputi penghalusan permukaan dan pemberian larutan etsa (larutan nital 3 %) sehingga diperoleh bentuk bentuk morfologi yang terdiri dari butir-butir (*grains*) dan batas butir (*grain boundary*). Sedangkan untuk mengetahui struktur nano digunakan *transmission electron microscope* (TEM) merk JEOL pada material magnet komposit hasil panghalusan dengan VBM selama 30 jam .

3.3.3. Analisis Termal

Analisis termal pada material magnet dilakukan untuk menentukan temperatur curie (T_c) yaitu temperatur transisi dari ferromagnetik menjadi paramagnetik. Pengukuran termal menggunakan differential scanning calorimetry (DSC) merk Shimadzu. Material magnet yang disiapkan sekitar 20 miligram dengan laju pemanasan 20°C per menit dan temperatur maksimum 400°C sudah untuk mengetahui nilai temperatur curie (T_c) dari material magnet sekitar 310°C untuk fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

3.3.4. Sifat Kemagnetan

Penentuan sifat kemagnetan dilakukan dengan menggunakan alat PERMAGRAPH yang memiliki medan luar maksimum 2 Tesla. Hasil Pengukuran berupa kurva loop histerisis dapat diturunkan sifat-sifat kemagnetan seperti remanen (B_r), koersivitas (iH_c), magnetisasi saturasi (M_s), dan rapat energi maksimum $(BH)_{maks}$. Material magnet yang disiapkan dalam pengukuran ini berbentuk silinder berdiameter 10 – 15 mm dan tinggi maksimum 10 mm.

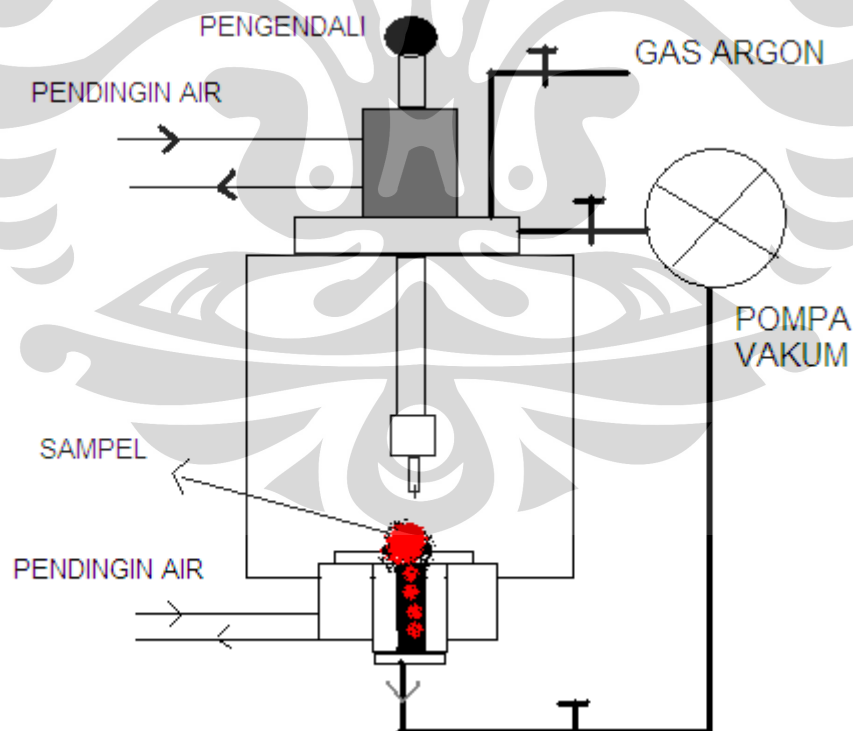


BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Paduan Material Magnet

4.1.1. Modifikasi Sistem Pencetakan (*casting*) Untuk Preparasi Material

Salah satu teknik dalam sintesis paduan logam (*metal alloy*) dengan melalui proses peleburan adalah penggunaan *arc melting furnace* (AMF). AMF yang memiliki sistem pendingin air (*water cooler*) pada batang pengendali (*handle*) dan tempat sampel (*sample holder*) memastikan tidak terjadi peleburan pada bagian tersebut meskipun beroperasi pada temperatur sampai pada titik peleburan. Sistem evakuasi udara dalam ruang sampel dengan menggunakan pompa vakum dan gas argon sebagai pencuci ruang sampel menghasilkan kondisi dalam suasana inert (gambar 4.1), sehingga peleburan paduan logam tidak mengalami oksidasi atau dekomposisi fasa.



Gambar 4.1. Diagram tungku busur peleburan (*arc melting furnace*)

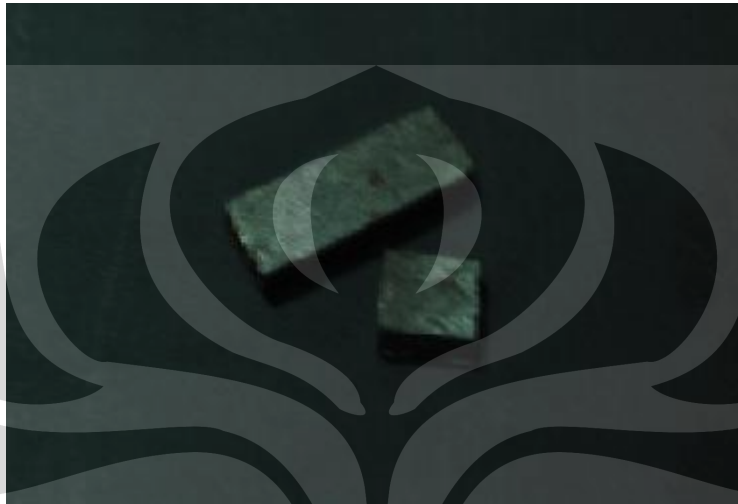
Dalam penelitian ini diketahui bahwa proses pendinginan pada paduan logam yang melebur sangat berpengaruh terhadap struktur mikro dan pembentukan fasa yang diinginkan. Hasil yang diperoleh dalam preparasi paduan material magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dengan perbedaan proses pendinginan yaitu pendinginan lambat dalam ruang sampel dan pendinginan cepat dengan pencetakan pada cetakan tembaga yang didinginkan dari leburan paduan material magnet yang dialirkan. Perbedaan yang terpenting adalah pembentukan fasa magnet yang diinginkan serta struktur mikro. Pendinginan cepat dengan pencetakan pada cetakan tembaga berbentuk silinder atau plat lebih stabil pada fasa yang terbentuk dan struktur mikro dibandingkan dengan ingot material magnet yang didinginkan dalam ruang sampel dari AMF yang rentan terhadap oksidasi. Perbedaan ini dapat dibuktikan dengan uji kestabilan terhadap udara bebas menunjukkan hasil yang berbeda sebagaimana ditunjukkan pada tabel 4.1. dan gambar 4.2.

Tabel 4.1. Perubahan massa material magnet hasil AMF pada udara bebas paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang disiapkan pada proses pendinginan yang berbeda

Sampel Magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Pengurangan massa setiap waktu (gram)				Selisih (gram)	%
	hari ke-1	hari ke-3	hari ke-5	hari ke-7		
Plat 2 mm (pendinginan cepat pada cetakan tembaga)	1,4833	1,4817	1,4817	1,4817	0,0016	0,11
Padatan (Pendinginan lambat dalam ruang sampel)	4,8632	4,8127	4,8025	4,8005	0,0627	1,29

Pengamatan terhadap dua paduan yang berbeda tersebut terdapat perbedaan sangat signifikan dari pembuatan material magnet dengan menggunakan AMF pada pendinginan yang berbeda. Memperhatikan hasil penimbangan massa kedua jenis ingot komposisi yang sama dan cara berbeda dalam preparasi sebagaimana diringkas dalam tabel 4.1, meskipun kedua ingot memperlihatkan adanya penurunan massa dari waktu ke waktu, hal ini menunjukkan bahwa ingot Nd-Fe-B demikian rentan terhadap

oksidasi. Hasil memperlihatkan preparasi dengan pencetakan laju pendinginan yang cepat hanya menghasilkan massa ingot yang tereduksi sebesar 0,11 % jauh lebih rendah bila dibandingkan dengan massa ingot yang dicetak dengan cara konvensional yaitu pada hari ke tujuh dapat mencapai 1,29 %.



(a)



(b)

Gambar 4.2. Uji kestabilan pada udara bebas paduan Nd₂Fe₁₄B .
(a) pendinginan cepat dengan pencetakan pada cetakan tembaga yang didinginkan dari leburan paduan material magnet yang dialirkan dan
(b) pendinginan lambat dalam ruang sampel.

Dengan demikian modifikasi sistem pencetakan (*casting*) pada proses preparasi dengan peleburan arc melting furnace melalui proses cetak dengan pendinginan lebih cepat telah menghasilkan ingot Nd-Fe-B tahan oksidasi khususnya bila dibandingkan dengan cara konvensional. Hal ini dikarenakan fraksi luas permukaan luar pada ingot hasil pendinginan cepat relatif kecil dan mengurangi luas terhadap interaksi dengan oksigen. Hasil ini telah memberikan acuan dalam preparasi ingot untuk keperluan tahap-tahap selanjutnya. Foto ingot hasil kedua proses preparasi setelah 7 hari diperlihatkan pada gambar 4.2. Sangat reaktifnya elemen penyusun magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ terutama neodimium (Nd) menyebabkan mudah teroksidasinya elemen tersebut menjadi Nd_2O_3 dan pembentukan fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang diharapkan tidak optimal. Sehingga dalam penelitian ini preparasi paduan berupa ingot dari material magnetik melalui pendinginan cepat dengan proses pencetakan menjadi acuan.

4.1.2. Material Magnet Komposisi Nd-Fe-B

Paduan (*alloy*) dengan komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (% atom) disiapkan dengan *arc melting furnace*. Elemen-elemen penyusun *alloy* yang memiliki tingkat kemurnian rata-rata di atas 99 persen berat dan dicetak dengan laju pendinginan lebih cepat menghasilkan *alloy* Nd-Fe-B dengan komposisi yang sudah ditentukan dan terbentuk fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Proses peleburan paduan dilakukan dalam suasana gas argon yang sebelumnya telah melalui pembersihan ruangan (*chamber*) dengan gas argon sebanyak tiga kali (*flashing process*). Pendinginan dilakukan melalui pencetakan berbentuk silinder dengan diameter 5 mm dan plat dengan tebal 2 mm. Foto ingot hasil cetakan disajikan pada gambar 4.3.b. Sedangkan gambar 4.3.a foto ketika proses peleburan berlangsung.



(a)

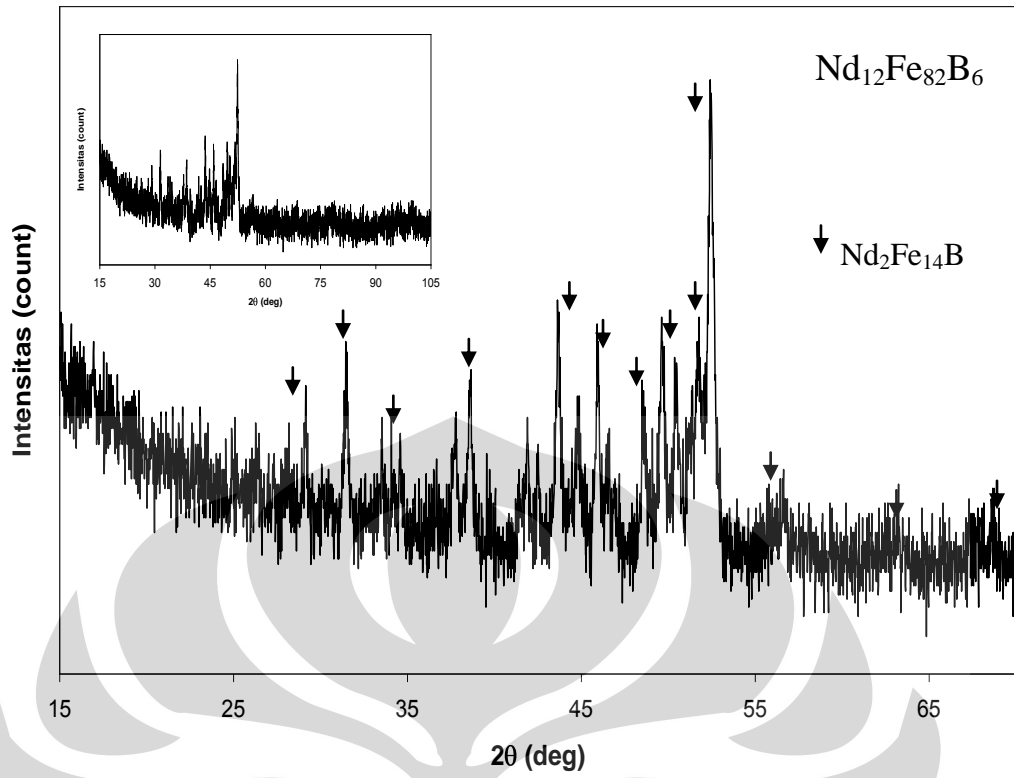


(b)

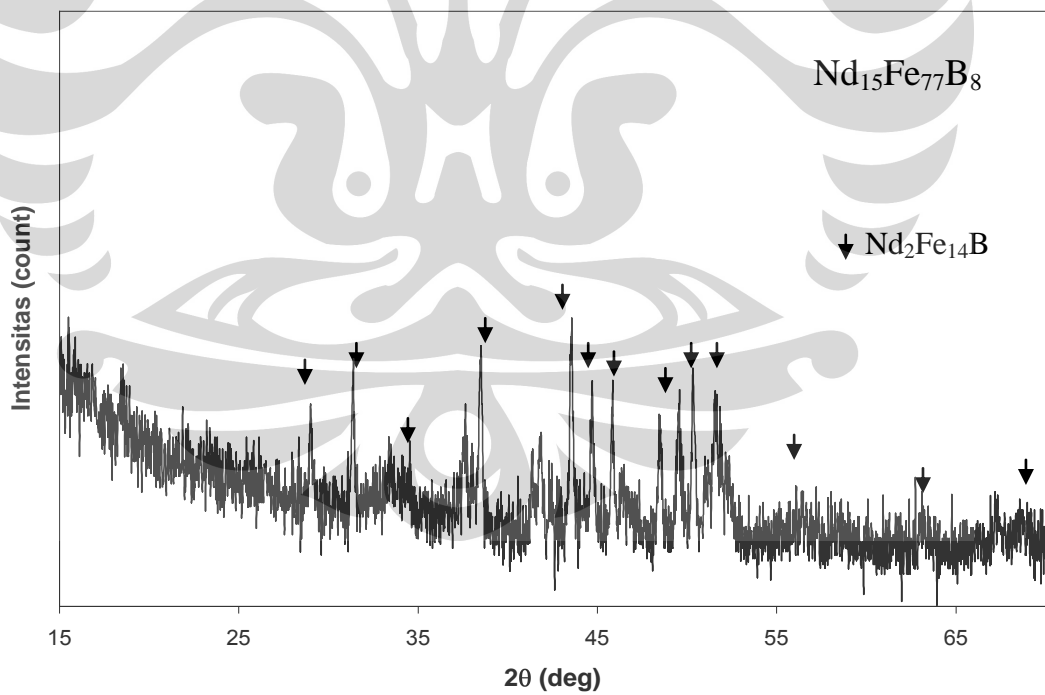
Gambar 4.3. (a). Foto alat *arc melting furnace* dan (b). Hasil pencetakan (casting) ingot Nd-Fe-B bentuk silinder diameter 5 mm dan plat tebal 2 mm.

4.1.2.1. Identifikasi Fasa Material Magnet Komposisi Nd-Fe-B

Pengukuran dengan difraksi sinar-x dilakukan untuk analisis pembentukan fasa dari material magnet hasil dari AMF. Gambar 4.4 menunjukkan pola difraksi sinar-x untuk ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (% atom) hasil *casting* bentuk silinder berdiameter 5 mm. Hasil identifikasi data puncak-puncak difraksi sinar-x pada ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ menunjukkan keseluruhan puncak-puncak difraksi adalah bersesuaian dengan pola difraksi fasa tunggal $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ berdasarkan pencocokan dengan data base ICDD (lampiran 1) dan tidak ditemukan fasa Fe pada sekitar sudut 52° , 80° , dan 99° . Hal ini memastikan bahwa telah terjadi proses pembentukan fasa magnet yang diharapkan pada saat pendinginan cepat.

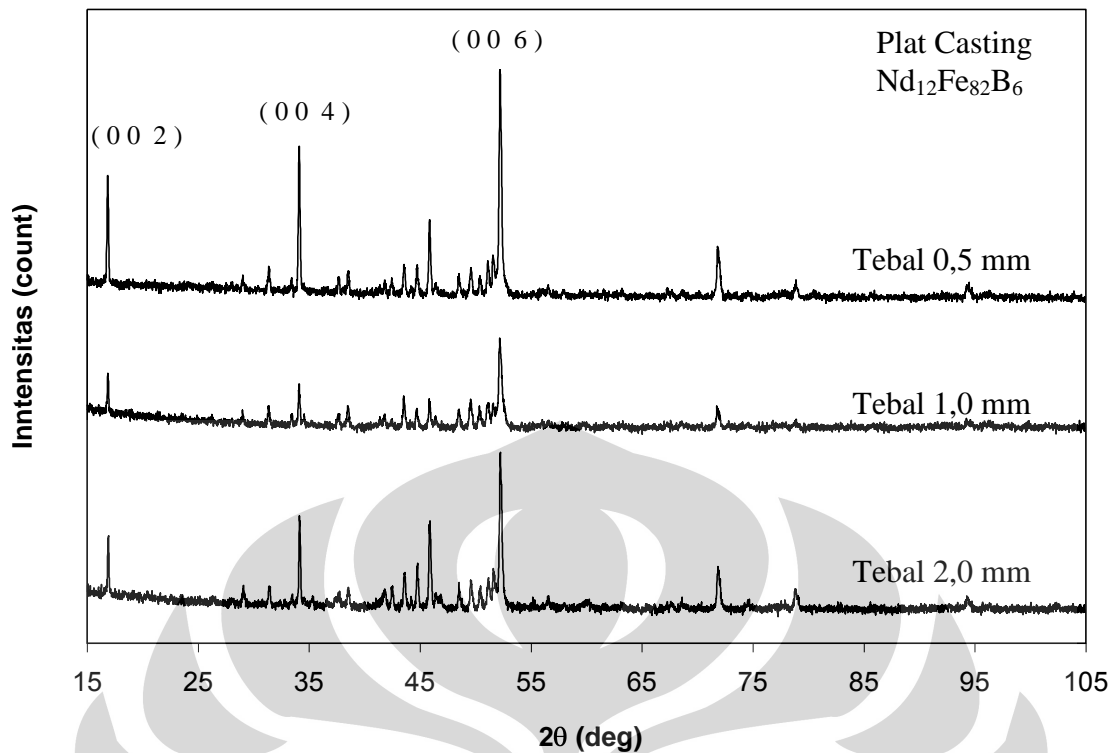


(a)



(b)

Gambar 4.4. Pola difraksi sinar-x material magnet hasil AMF (a) $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan (b) $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (% atom)



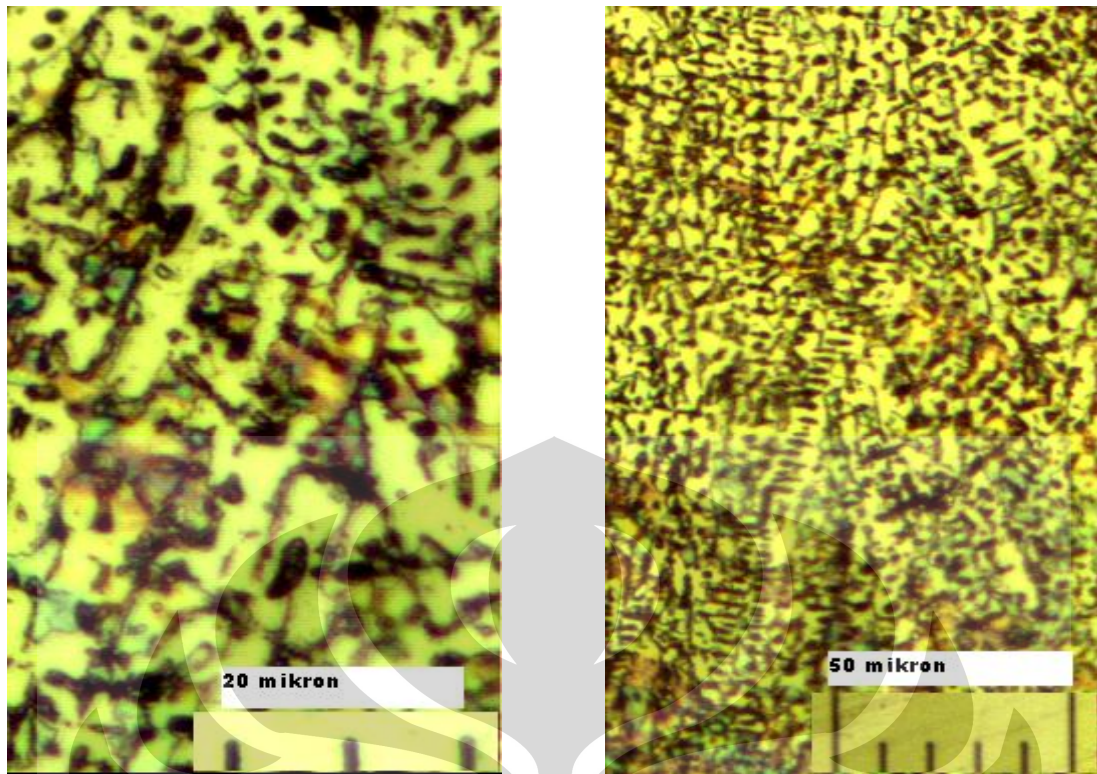
Gambar 4.5. Pola difraksi sinar-x ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (% atom) hasil casting dalam bentuk plat dengan tebal 0,5 mm, 1,0 mm, dan 2,0 mm.

Gambar 4.5 membandingkan pola difraksi dari ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (% atom) hasil casting dalam bentuk plat dengan tebal 0,5 mm, 1,0 mm, dan 2,0 mm. Di samping itu terjadi orientasi yang disukai pada arah bidang kristal [002], [004], dan [006]. Tidak demikian halnya dengan ingot berbentuk silinder, pola difraksi ingot memiliki orientasi random dan intensitas puncak difraksi yang relatif rendah serta relatif lebar memastikan dua jenis ingot memiliki ukuran kristal rata-rata berbeda.

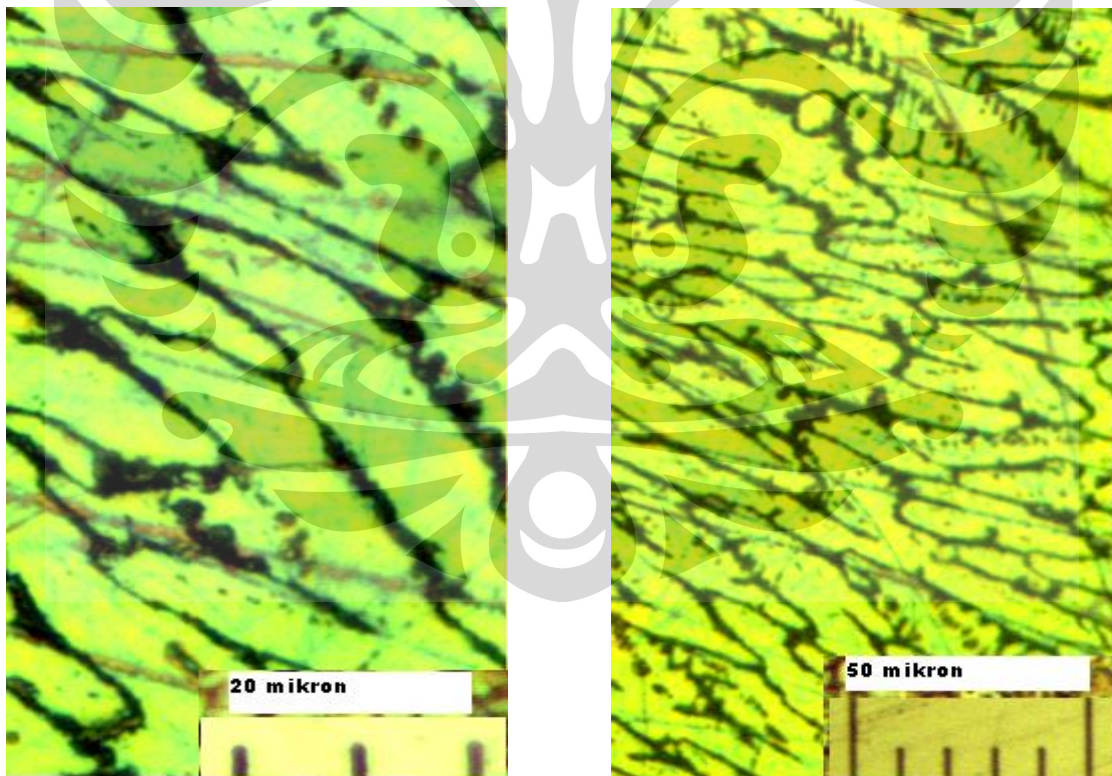
4.1.2.2. Struktur Material Magnet Nd-Fe-B

Pengamatan struktur mikro dengan SEM dan mikroskop optik pada perbesaran 200 kali dan 500 kali. Untuk ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (gambar 4.6.a) dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ hasil casting bentuk silinder berdiameter 5 mm (gambar 4.6.b) memperlihatkan pengaruh dari pendinginan cepat terhadap pembentukan fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Struktur mikro pada gambar

4.6 memperlihatkan bahwa fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ telah terbentuk dalam bentuk dan ukuran yang berbeda-beda. Pada komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ terlihat fasa magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ memiliki bentuk yang tidak teratur dengan ukuran sekitar $10\ \mu\text{m}$ dan membentuk porositas pada daerah batas butir (*grain boundary*). Hal ini mengindikasikan bentuk dan ukuran ingot magnet tidak dapat terkontrol. Namun demikian fasa magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang diharapkan masih dapat dipertahankan. Pada struktur mikro tersebut bentuk butir fasa magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ terlihat terang dan mendominasi secara mayoritas sedangkan pada batas butir terlihat warna gelap yang merupakan ruang kosong. Ini dapat dibuktikan hasil dari identifikasi fasa dengan difraksi sinar-x tidak ditemukan fasa kedua yang tidak diharapkan. Berbeda dengan komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$, fasa magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ukuran yang memanjang dengan ukuran lebar sekitar $10\ \mu\text{m}$ dan dibatasi oleh fasa yang dipastikan sebagai kaya akan Nd (*Nd rich*) serta porositas (gambar 4.7). Bentuk butir kristal yang besar dan panjang menunjukkan proses pendinginan yang tidak terkontrol dan cepat dengan cara casting dalam bentuk silinder tidak hanya memastikan fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dapat dipertahankan akan tetapi masih terbentuk kristal muda (*dendrite*) pada fasa magnet sebagai konsekuensi dari *casting* dan pendinginan cepat. Analisis kualitatif data difraksi sinar-x menunjukkan tidak terdapat fasa kedua yaitu Nd sebagai konsekuensi dari komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ karena jumlahnya yang sedikit kurang dari 4 % berat dan hanya fasa magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai fasa tunggal

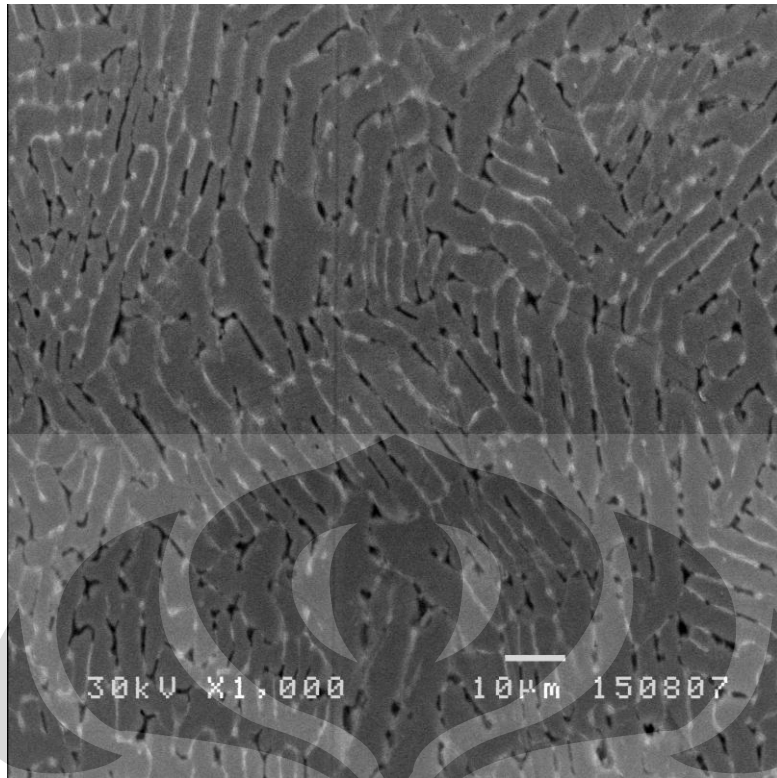


(a)

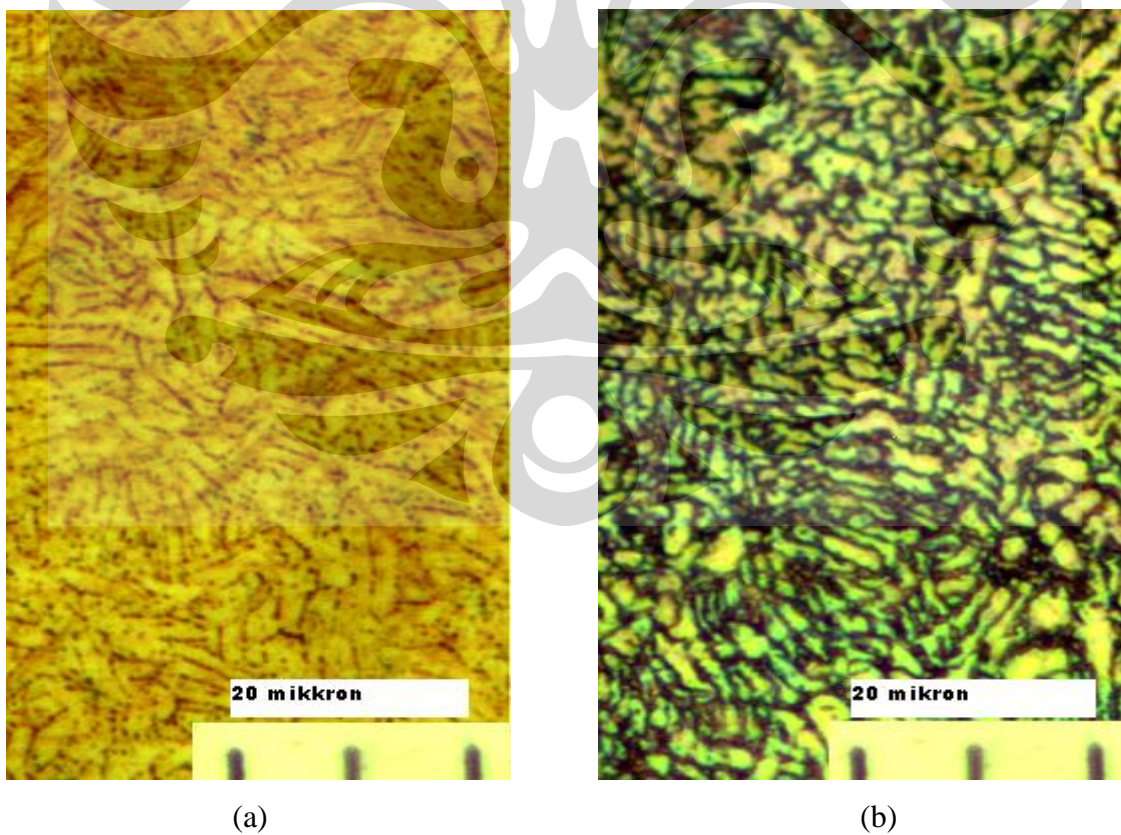


(b)

Gambar 4.6. Foto mikro dengan perbesaran 200 dan 500 kali pada (a) ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan (b) $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ hasil *casting* bentuk silinder berdiameter 5 mm



Gambar 4.7. Foto SEM ingot Nd₁₅Fe₇₇B₈ hasil *casting* bentuk silinder berdiameter 5 mm

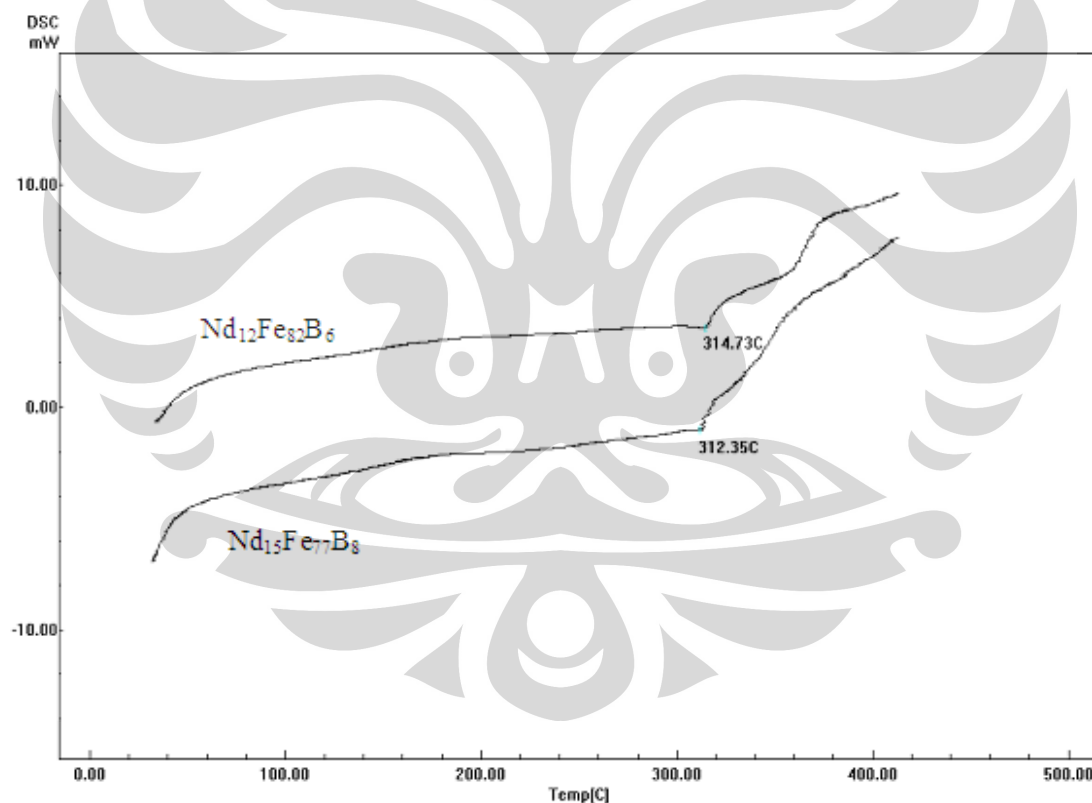


Gambar 4.8. Foto mikro dengan perbesaran 500 kali pada (a) ingot Nd₁₂Fe₈₂B₆ dan (b) Nd₁₅Fe₇₇B₈ hasil *casting* bentuk plat tebal 2 mm

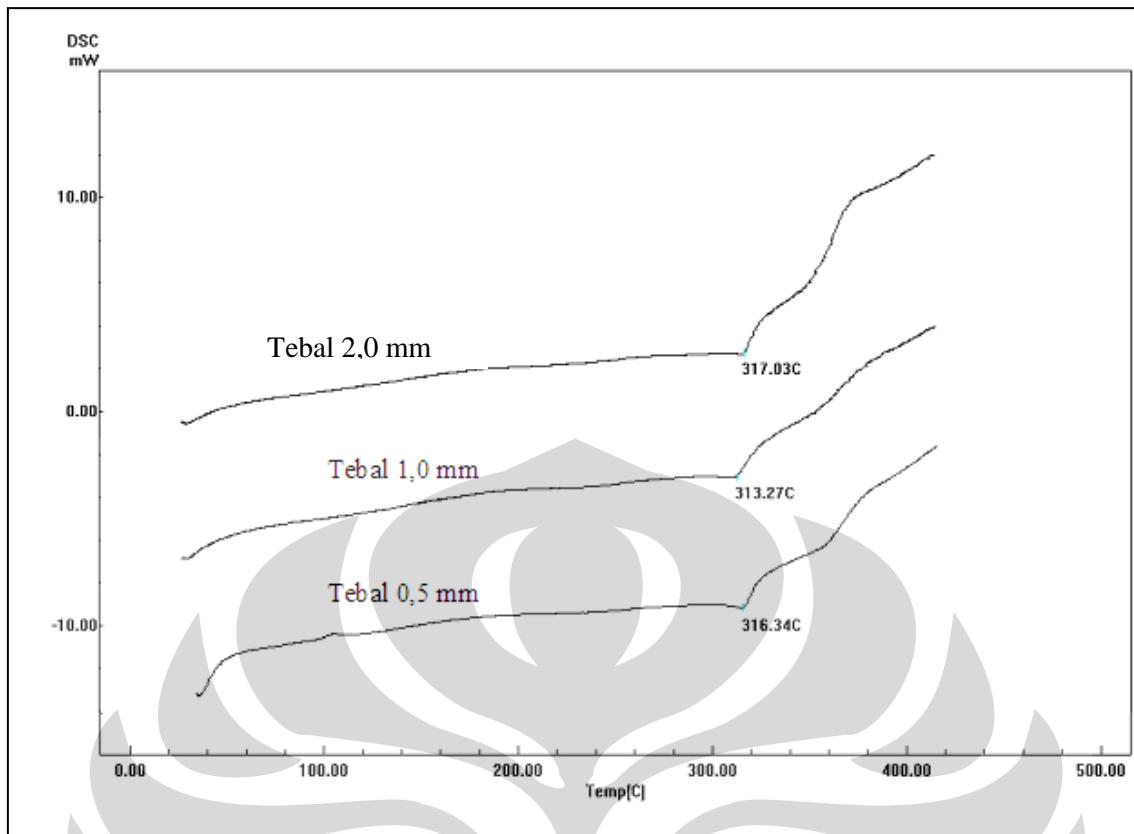
Pengamatan struktur mikro juga dilakukan pada kedua komposisi yang sama dengan proses *casting* dalam bentuk plat tebal 2 mm. Terlihat bentuk butiran kristal muda lebih kecil dibandingkan dengan *casting* bentuk silinder (gambar 4.8). Namun demikian fasa magnet $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang diharapkan juga dapat dipertahankan.

4.1.2.3. Analisis Termal Material Magnet Komposisi Nd-Fe-B

Hasil pengukuran temperatur Curie, T_c pada ingot Nd-Fe-B dilakukan dengan menggunakan *Differential Scanning Calorimeter* (DSC). Setiap komposisi dengan proses *casting* yang berbeda dilakukan pengukuran T_c dengan massa sampel yang disiapkan sekitar 20 miligram dan laju pemanasan $20^\circ\text{C}/\text{menit}$.



Gambar 4.9. Termoscan DSC ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ *casting* bentuk silinder berdiameter 5 mm



Gambar 4.10. Termoscan DSC ingot $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ casting bentuk plat

Pada gambar 4.9 dan gambar 4.10 diperlihatkan termoscan DSC dari paduan Nd-Fe-B. Diskontinuitas energi panas pada sumbu kenaikan temperatur material yang terjadi di sekitar temperatur 312°C menunjukkan adanya transformasi dalam hal ini dipastikan transformasi dari keteraturan ferromagnetik menjadi paramagnetik dan menentukan temperatur curie dari fasa magnetik. Nilai T_c yang diperoleh dari sederetan pengukuran kalorimeter untuk beberapa material uji dapat dilihat pada tabel 4.2. Semua hasil pengujian menunjukkan nilai T_c disekitar 312°C . Nilai T_c yang sama telah dilaporkan oleh beberapa peneliti^[1-2] yaitu untuk fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ memiliki nilai $T_c \sim 312^\circ\text{C}$. Hasil pengujian kalorimeter terhadap ingot hasil preparasi sampel memastikan bahwa ingot terdiri dari fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Nilai T_c dari fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ selalu 312°C meskipun tidak rendah namun juga tidak terlalu tinggi terutama bila akan diaplikasikan fasa magnet tersebut pada temperatur tinggi. Nilai T_c yang tinggi seperti

halnya pada fasa magnetik SmCo_5 dan $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ menunjukkan stabilitas sifat magnetik . Sebagai magnet permanen, nilai magnetisasi diharapkan stabil terhadap kenaikan temperatur. Hal ini hanya dapat dipenuhi oleh fasa-fasa magnetik dengan nilai T_c yang tinggi seperti halnya fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($T_c \sim 450^\circ\text{C}$), Alnico ($T_c \sim 850^\circ\text{C}$), SmCo_5 ($T_c \sim 720^\circ\text{C}$), dan $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ($T_c \sim 820^\circ\text{C}$). Jadi dengan nilai $T_c \sim 312^\circ\text{C}$ yang dimiliki fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ merupakan nilai T_c yang terendah dibandingkan dengan fasa-fasa magnetik yang pernah dikembangkan oleh berbagai peneliti. Hal ini tentu memberi implikasi keterbatasan penggunaan magnet Nd-Fe-B pada aplikasi dalam temperatur yang meningkat.

Tabel 4.2. Nilai temperatur curie (T_c) terukur pada paduan Nd-Fe-B

Komposisi	Keterangan	T_c ($^\circ\text{C}$)
$\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$	<i>Ingot casting</i> bentuk silinder berdiameter 5 mm	314
$\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 0,5 mm	316
$\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 1,0 mm	313
$\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 2,0 mm	317
$\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$	<i>Ingot casting</i> bentuk silinder berdiameter 5 mm	312
$\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$	Magnet <i>sinter</i> 1050°C 1 jam dan <i>anil</i> 650°C 0,5 jam	316

4.1.2.4. Sifat Kemagnetan Magnet Nd-Fe-B

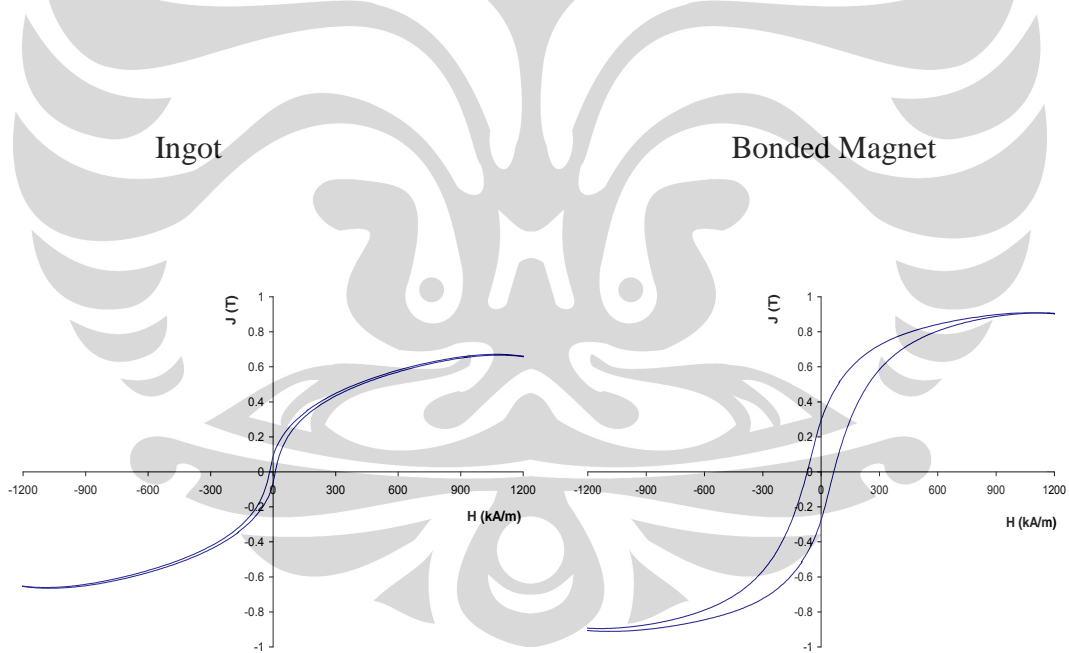
Hasil pengukuran sifat kemagnetan, remanen (B_r), koersivitas (jH_c) dan energi produk maksimum (BH_{maks}) pada ingot Nd-Fe-B dilakukan dengan menggunakan PERMAGRAPH. Setiap komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ dan $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ hasil *casting* yang berbentuk plat tebal 2 mm baik berupa ingot maupun ingot yang dihaluskan kasar dan setelah perlakuan panas diukur dengan medan luar mencapai 2 T.

Grafik hasil pengukuran berupa loop histerisis untuk setiap pengukuran terlihat pada gambar 4.11 yang semuanya merupakan representasi dari loop histerisis dari magnet

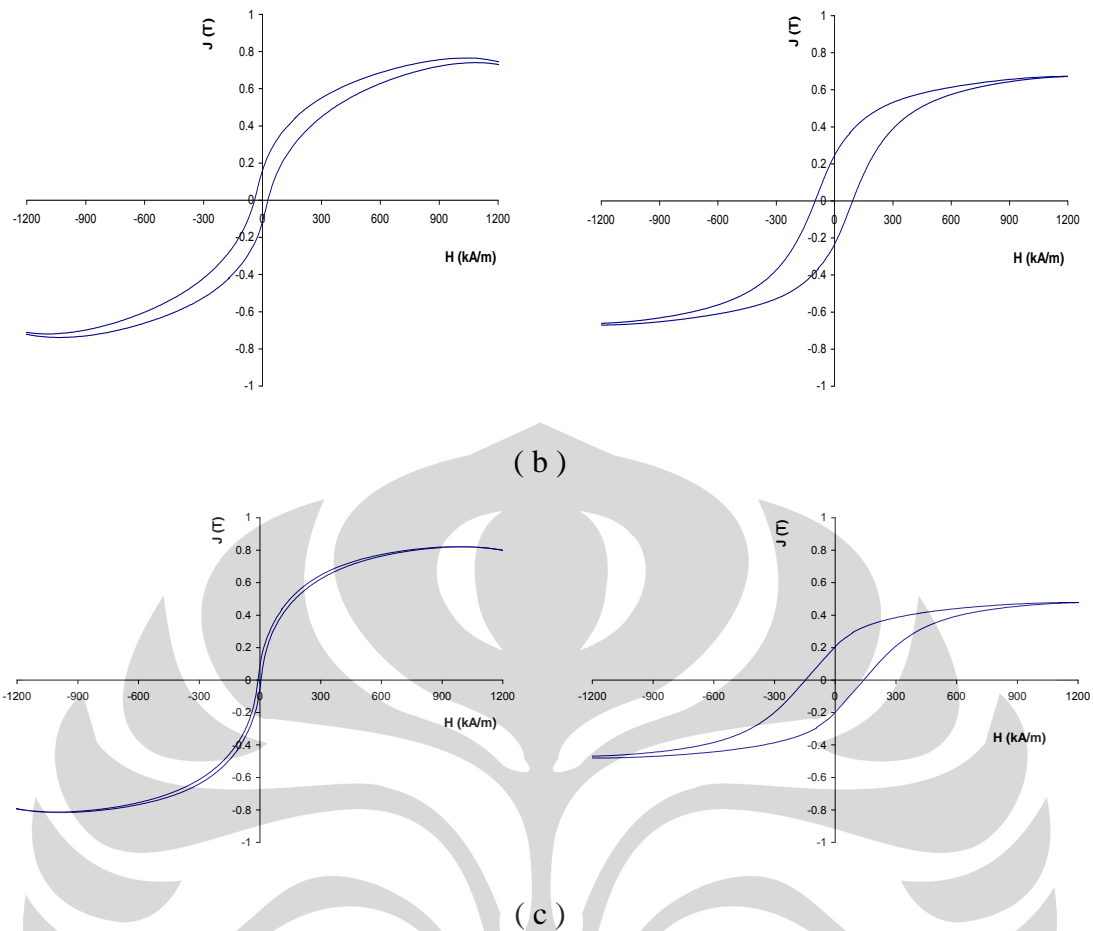
keras (*hard magnet*). Sifat kemagnetan dapat ringkasan untuk setiap pengukuran dengan PERMAGRAPH dibuat pada tabel 4.3 berikut.

Tabel 4.3. Sifat-sifat magnet yang terukur pada paduan Nd-Fe-B

Komposisi	Keterangan	Sifat Kemagnetan		
		Remanen, Br (T)	Koersivitas, iH_c (kA/m)	Produk Energi Maksimum, BH_{maks} (kJ/m ³)
Nd ₁₂ Fe ₈₂ B ₆	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 2,0 mm	0.085	16	0.35
Nd ₁₂ Fe ₈₂ B ₆	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 2,0 mm dihaluskan kasar	0.29	70	5,07
Nd ₁₅ Fe ₇₇ B ₈	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 2,0 mm	0.16	40	1.6
Nd ₁₅ Fe ₇₇ B ₈	<i>Ingot casting</i> bentuk plat tebal 2,0 mm dihaluskan kasar	0.24	100	6.0
Nd ₁₅ Fe ₇₇ B ₈	Magnet <i>sinter</i> 1050°C 1 jam dan <i>anil</i> 650°C 0,5 jam	0.08	9	0.18
Nd ₁₅ Fe ₇₇ B ₈	Magnet <i>sinter</i> 1050°C 1 jam dan <i>anil</i> 650°C 0,5 jam dihaluskan kasar	0.2	145	7.25



(a)



Gambar 4.11. Loop histerisis hasil pengukuran dengan PERMAGRAPH
 (d) Ingot casting plat 2 mm dan serbuk $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$
 (e) Ingot casting plat 2 mm dan serbuk $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$
 (f) Magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ setelah perlakuan panas 1050°C 1 jam anil 650°C 0,5 jam berupa padatan (*bulk*) dan serbuk

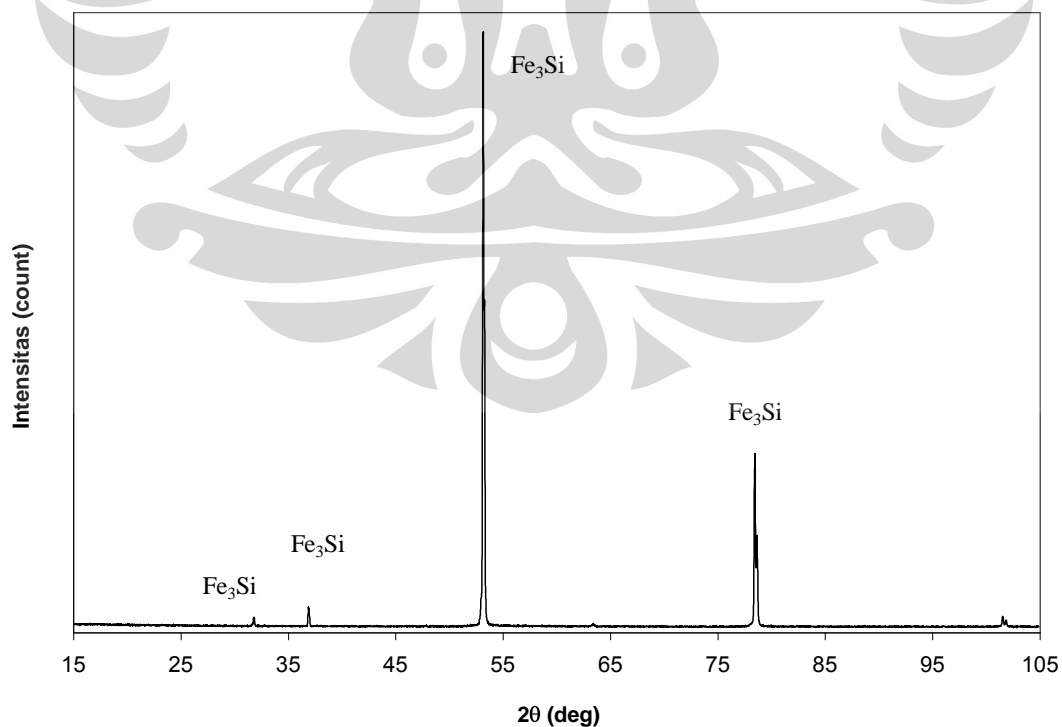
rendahnya nilai sifat kemagnetan yang diperoleh sangat berhubungan dengan struktur mikro. Perbedaan yang cukup signifikan terjadi terhadap sifat kemagnetan yang dihasilkan pada paduan *ingot* Nd-Fe-B hasil *casting* dan setelah dihaluskan kasar dengan ditambahkan polimer termoset sebanyak 30% volume untuk dibuat magnet berperekat (*bonded magnet*). Kurva histerisis sebagaimana diperlihatkan pada gambar 4.11 memperlihatkan adanya perbedaan terutama nilai koersivitas meningkat pasca penghalusan melalui proses milling. Ini menunjukkan bahwa struktur mikro terutama dalam hal ini adalah ukuran butir (*grain size*) dan densifikasi campuran serbuk magnet dengan polimer sangat menentukan sifat magnet yang dihasilkan.

4.1.3. Material Magnet Fe-Si

4.1.3.1. Preparasi Material Magnet Fe-Si

Paduan (*alloy*) material magnet lunak (*soft magnet*) dengan komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom) juga disiapkan dengan *arc melting furnace*. Elemen-elemen penyusun *alloy* yang memiliki tingkat kemurnian rata-rata di atas 99 persen berat diharapkan dapat membentuk *alloy* Fe-Si dengan fasa tunggal Fe_3Si . Proses peleburan paduan dilakukan dalam suasana gas argon dan pendinginan dilakukan dengan cara pencetakan berbentuk silinder dengan diameter 5 mm diharapkan terjadi mekanisme pendinginan cepat sehingga fasa yang terbentuk dapat dipertahankan.

Pola difraksi sinar-x *ingot* dengan komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom) menunjukkan fasa tunggal Fe_3Si berdasarkan analisis kualitatif. Fasa Fe_3Si sebagai magnet lunak (*soft magnet*) dilihat dari pola difraksi sinar-x terjadi puncak yang cukup tinggi dan terorientasi pada dua puncak (gambar 4.12). Hal ini menunjukkan ada dua puncak yang memiliki orientasi bidang kristal yang dominan.

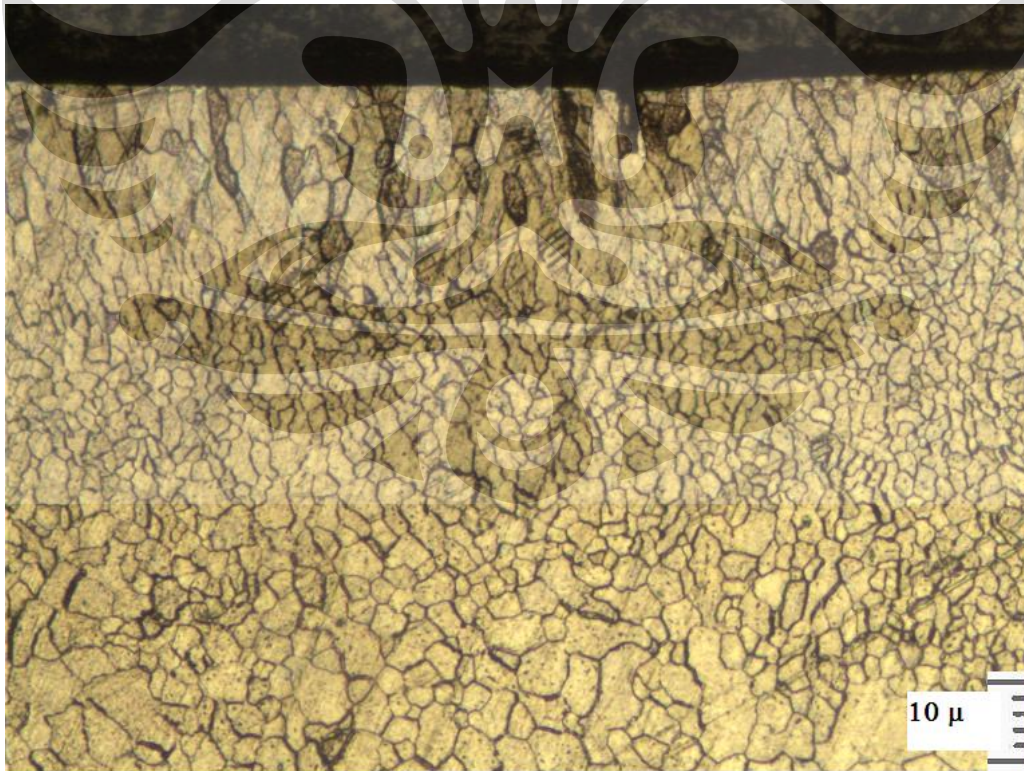


Gambar 4.12. Pola difraksi sinar-x *ingot* dengan komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom)

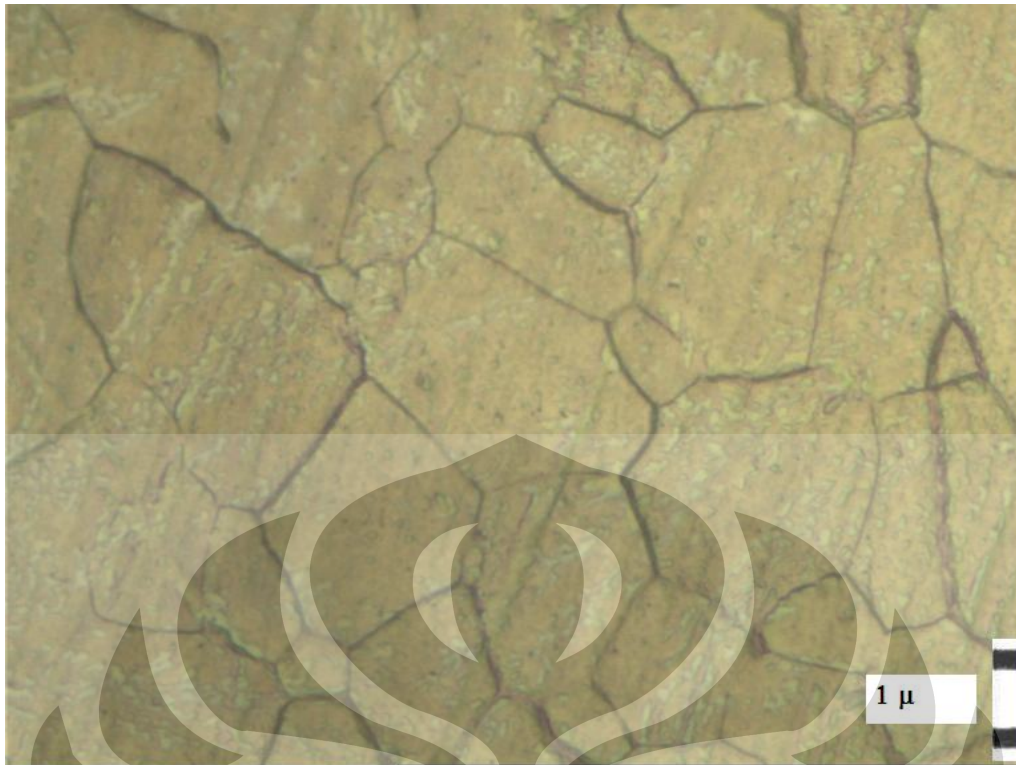
Namun demikian hasil identifikasi fasa menunjukkan bahwa fasa Fe_3Si adalah sebagai fasa tunggal dalam material.

4.1.3.2. Struktur Mikro Material Magnet Fe_3Si

Gambar 4.13 adalah foto struktur mikro pada ingot komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom) hasil *arc melting furnace*. Secara keseluruhan tidak ditemukan fasa lain dalam bentuk maupun warna yang berbeda pada foto mikro. Ini sesuai dengan analisis kualitatif data difraksi sinar-x dimana hanya ada fasa tunggal Fe_3Si . Bentuk dan ukuran butir fasa magnet lunak yang berbeda-beda baik di permukaan sampai pada daerah tengah merupakan kosekuensi dari proses pencetakan (*casting*) untuk paduan logam. Terlihat pada permukaan ingot Fe-Si yang merupakan dimulainya proses solidifikasi, memiliki orientasi butir-butir yang dominan. Hal ini sesuai dengan pola difraksi sinar-x yang diperoleh pada gambar 4.12.



(a)



(b)

Gambar 4.13. Foto mikro ingot dengan komposisi $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ (% atom) hasil *casting* bentuk plat tebal 2 mm membentuk fasa Fe_3Si . (a) Penampang Melintang
(b) Bagian tengah.

Pada bagian tengah dari struktur mikro paduan Fe-Si dengan fasa tunggal Fe_3Si bentuk dan ukuran butir sudah tidak terorientasi dan cenderung lebih besar dari permukaan. Ini disebabkan pada bagian tengah laju mendinginan lebih lambat dan memberikan peluang untuk terjadinya pertumbuhan butir (*grain growth*). Namun demikian yang terpenting dalam penelitian ini adalah terbentuknya fasa tunggal Fe_3Si sebagai fasa magnet lunak dengan struktur mikro yang optimal.

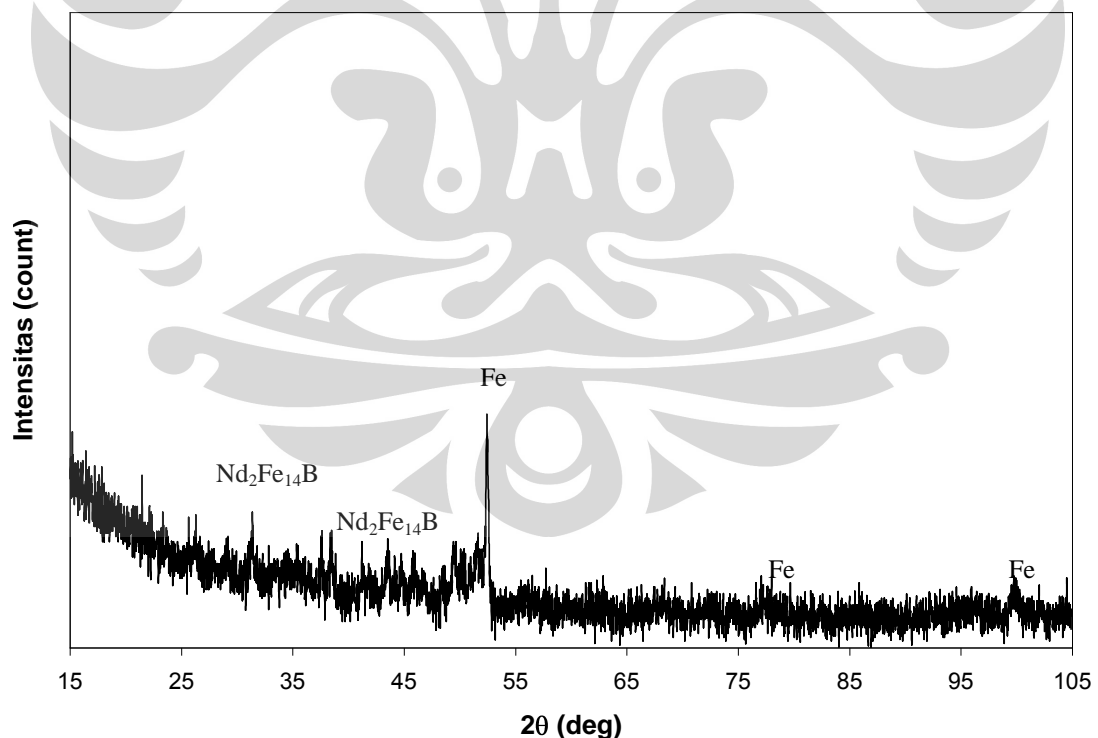
4.2. Sintesis Magnet Sinter

4.2.1. Magnet Sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$

Proses pembuatan magnet sinter dengan komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ dilakukan untuk memastikan bahwa setiap tahapan dalam metode metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) sudah benar seperti pembuatan serbuk magnet (*milling*), pemadatan serbuk

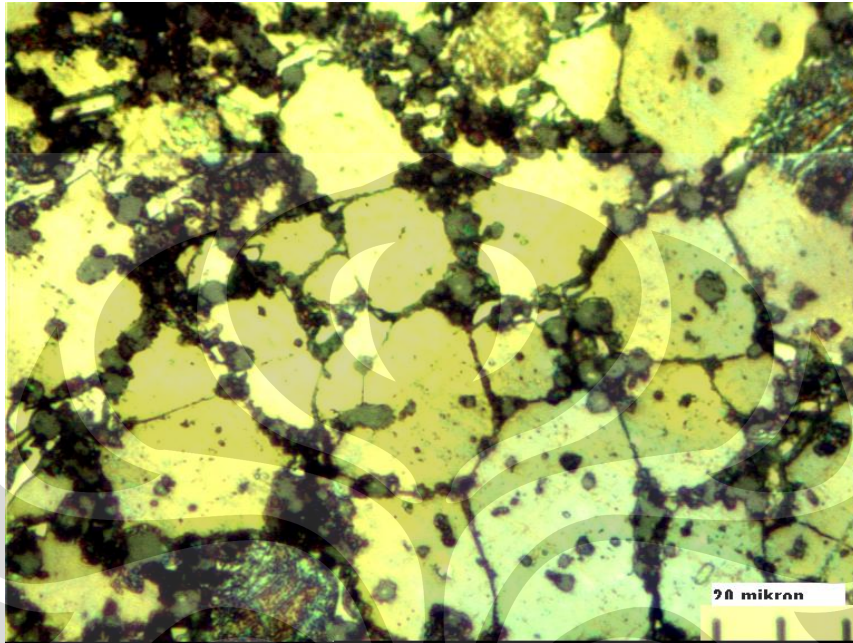
(*pressing/compaction*), penyimpanan dalam kondisi inert dalam *quartz*, perlakuan panas (*sintering, annealing*). Beberapa sintesis dilakukan untuk mengetahui perlakuan optimal yang digunakan dalam pembuatan magnet sinter.

Pada sintesis ini, material magnet berupa ingot hasil peleburan dengan *arc melting furnace* dibuat serbuk dengan *vibration disk mill* selama 10 detik diharapkan memperoleh serbuk halus berukuran kurang dari 1 μm . Kompaksi dengan beban 50 ton pada cetakan 10 mm untuk membuat padatan muda dari serbuk $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ sebelum dilakukan perlakuan panas dalam suasana inert dengan menggunakan *rotary pump* diikuti dengan proses pencucian dengan gas argon. Perlakuan panas *sintering* 1050°C selama 1 jam dengan pendinginan cepat di udara dilanjutkan *annealing* 650°C selama 30 menit diharapkan terjadi densifikasi padatan muda dan terbentuknya butir-butir (*grains*) halus berukuran kurang dari 1 μm dari fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

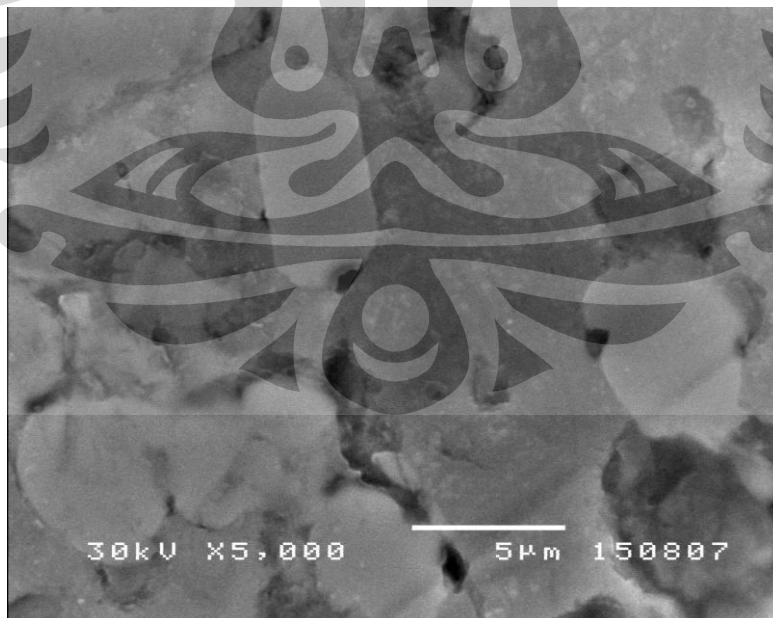


Gambar 4.14. Pola difraksi sinar-x magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ dengan *sintering* 1050°C selama 1 jam (*water quench*) dan *annealing* 650°C selama 30 menit

Identifikasi fasa dengan pada pola difraksi sinar-x menunjukkan telah terjadi dekomposisi fasa dengan munculnya fasa Fe sebagaimana terlihat pada gambar 4.14 berikut. Struktur mikro yang terlihat hasil foto mikroskop optik dan SEM mengkonfirmasi bahwa ukuran butir yang diharapkan yaitu kurang dari 1 μm untuk fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ tidak tercapai (gambar 4.15)

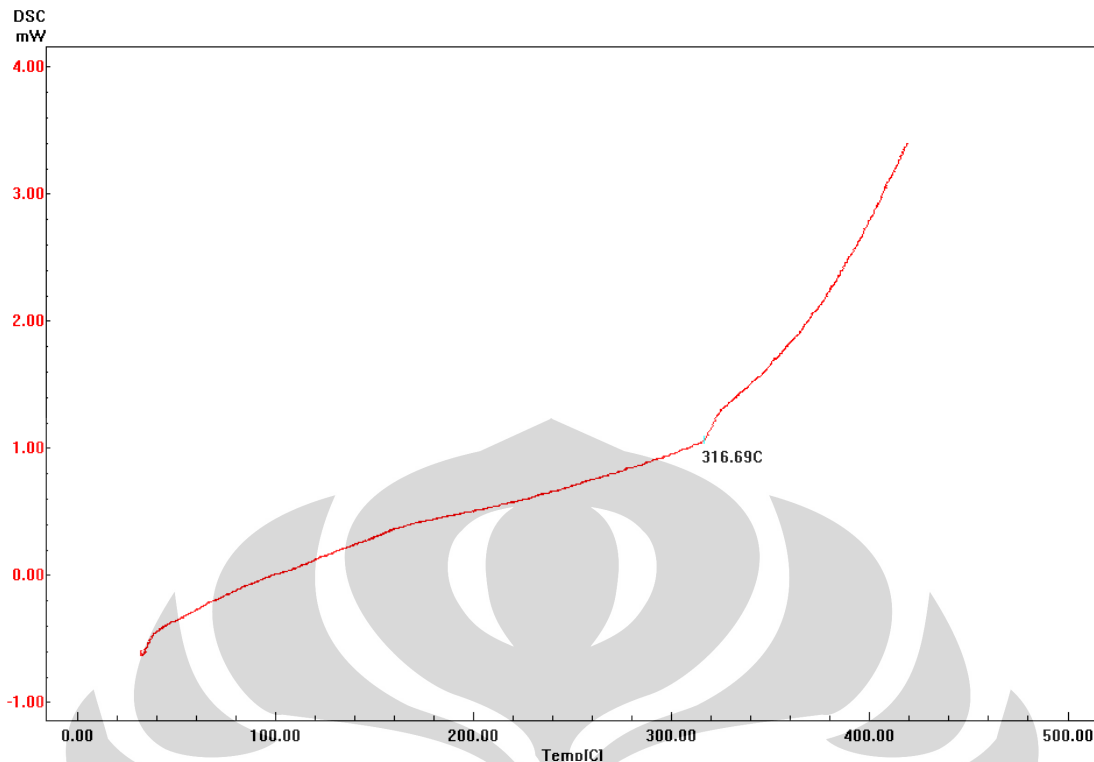


(a)



(b)

Gambar 4.15. Foto struktur mikro magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$
(a). Mikroskop optik. (b). SEM

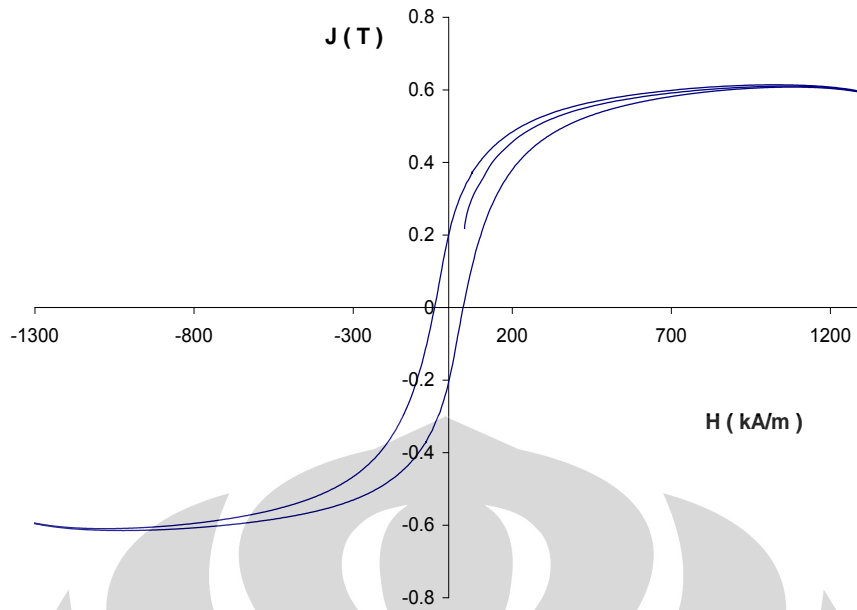


Gambar 4.16. Termoscan DSC magnet sinter $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ sinter 1050°C 1 jam dan anil 650°C selama 0,5 jam

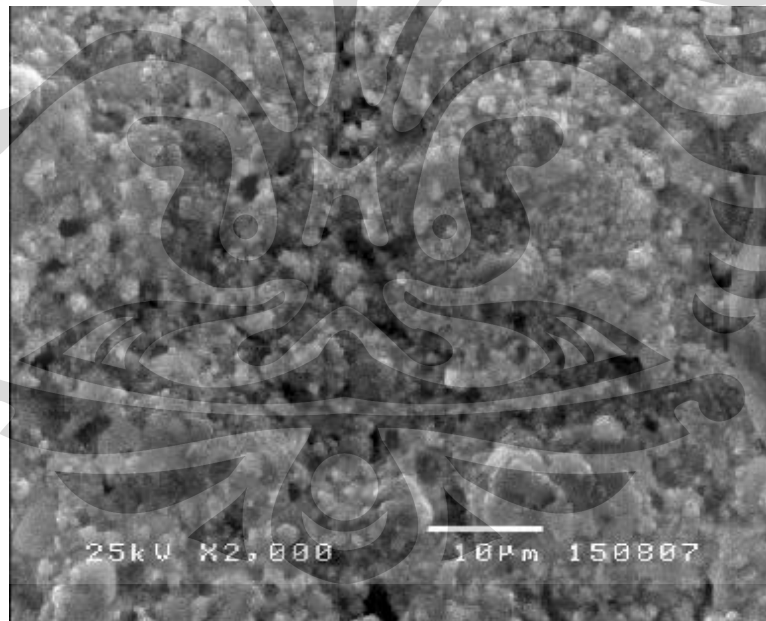
Foto mikro magnet sinter memperlihatkan ukuran butir rata-rata belum mencapai ukuran umumnya yaitu $0,5\ \mu\text{m}$. Di samping itu berdasarkan data difraksi sinar-x teridentifikasi masih adanya fasa Fe meskipun dalam jumlah sedikit dan masih didominasi oleh fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai fasa magnet keras. Demikian juga berdasarkan hasil pengukuran temperatur curie T_c (gambar 4.16) transisi paramagnetik masih terjadi pada temperatur $\sim 312^\circ\text{C}$. Dari foto mikroskop optik dan SEM dapat diperkirakan ukuran butir (*grain size*) rata-rata sekitar $5 - 20\ \mu\text{m}$ yaitu masih terlalu besar yang diinginkan yakni $0,5\ \mu\text{m}$. Masih banyaknya porositas dapat menjadi sumber demagnetisasi akibat dari kompaksi dan sintering yang tidak optimal.

Sintesis magnet sinter juga dilakukan untuk komposisi $(\text{Nd,Dy})_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$. Paduan komposisi tersebut disiapkan dengan AMF, kemudian dihaluskan dengan *vibration disc mill* selama 5 menit dalam suasana inert. Perlakuan panas *sintering* pada

temperatur 995°C selama 1 jam dalam suasana inert dengan pendinginan dalam air sehingga fasa magnet dapat dipertahankan dilanjutkan annealing pada 650°C selama 1 jam untuk proses homogenisasi. Untuk mengetahui optimalisasi material magnet sinter dilakukan pengukuran sifat kemagnetan dan struktur mikro. Pengukuran sifat magnet dengan medan luar maksimum 2 T menghasilkan kurva loop histerisis yang dapat diturunkan sifat kemagnetannya (gambar 4.17). Nilai remanen (B_r) ~ 0,2 Tesla, koersivitas (iH_c) ~ 50 kA/m, dan magnetisasi pada medan luar 2 T adalah ~ 0,6 Tesla menginformasikan bahwa material magnet sinter yang diperoleh masih belum seperti yang diharapkan. Meskipun bila dilihat pada kurva loop histerisis menunjukkan kurva dari magnet keras (hard magnet). Kecilnya nilai sifat kemagnetan disebabkan oleh beberapa faktor diantaranya adalah ukuran butir fasa magnet yang jauh lebih besar dari 1 μm , dekomposisi fasa magnet menjadi fasa non magnet, dan porositas yang menjadi sumber demagnetisasi. Hasil foto SEM membuktikan masih banyak porositas yang terdapat dari material magnet ini (gambar 4.18). Sehingga perlu diperhatikan beberapa hal dalam sintesis magnet sinter adalah ukuran butir, tekanan kompaksi, perlakuan panas (*sintering* dan *annealing*).



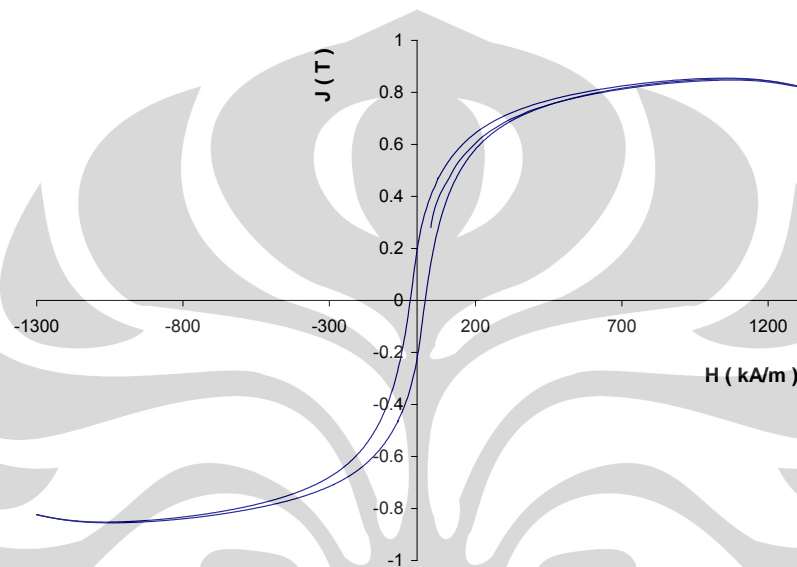
Gambar 4.17. Kurva loop histerisis material magnet sinter komposisi $(\text{Nd,Dy})_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ Sintering 995°C selama 1 jam dan *anil* 650°C selama 1 jam



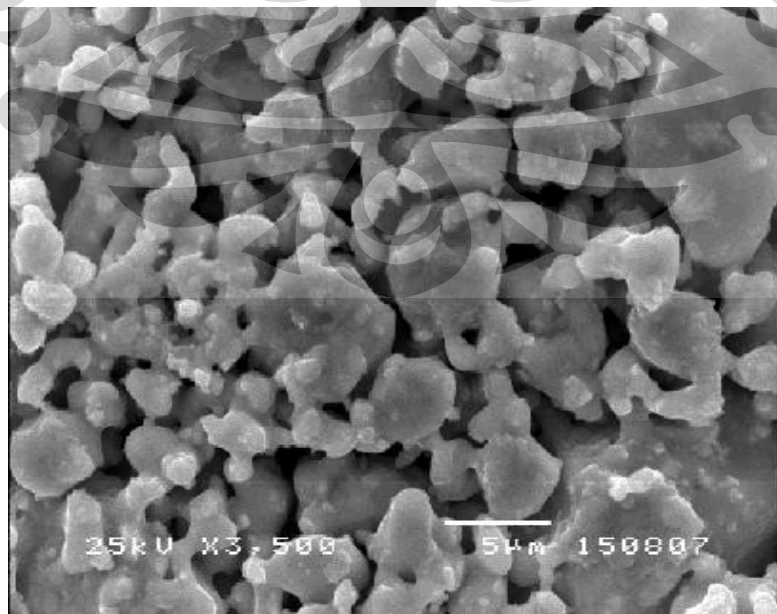
Gambar 4.18. Foto SEM material magnet sinter komposisi $(\text{Nd,Dy})_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ Sintering 995°C selama 1 jam dan *anil* 650°C selama 1 jam

4.2.2. Magnet Sinter $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

Material magnet dengan komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ (% atom) diperlakukan sebagaimana sintesis magnet sinter dengan komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$. Perlakuan panas yaitu *sintering* pada temperatur 990°C selama 2 jam dan *anealling* 650°C selama 0,5 jam untuk mengetahui pengaruhnya terhadap sifat kemagnetan dan mikro struktur (gambar 4.19 dan gambar 4.20)



Gambar 4.19. Kurva loop histerisis material magnet komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$ Sintering 990°C selama 2 jam dan *anil* 650°C selama 0,5 jam

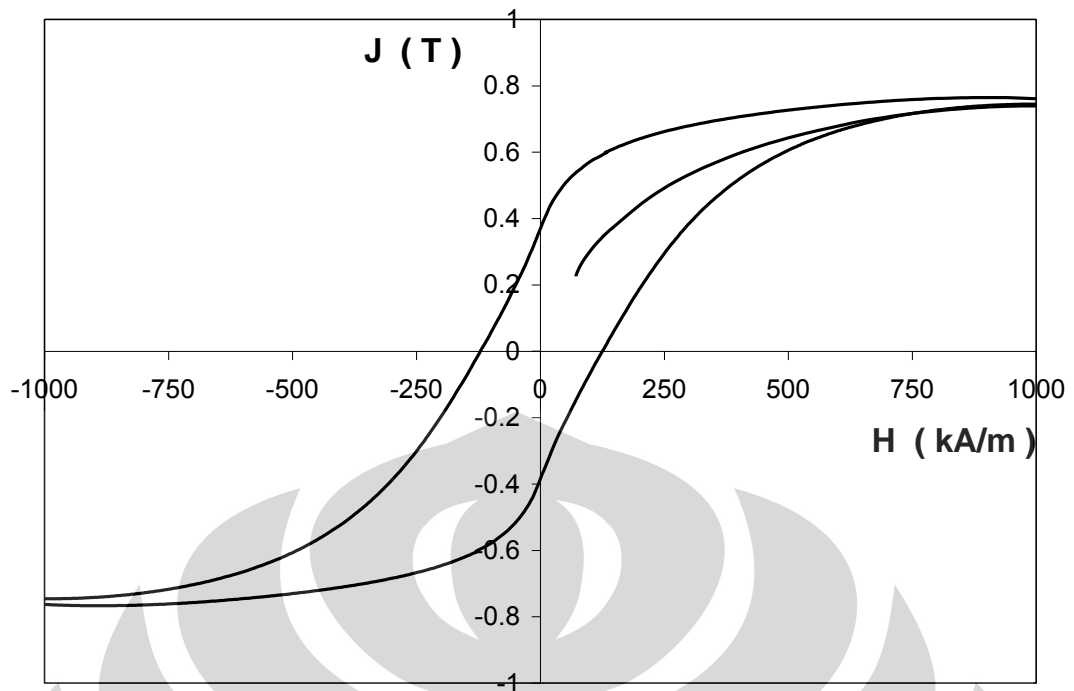


Gambar 4.20. Foto SEM material magnet komposisi $\text{Nd}_{12}\text{Fe}_{82}\text{B}_6$

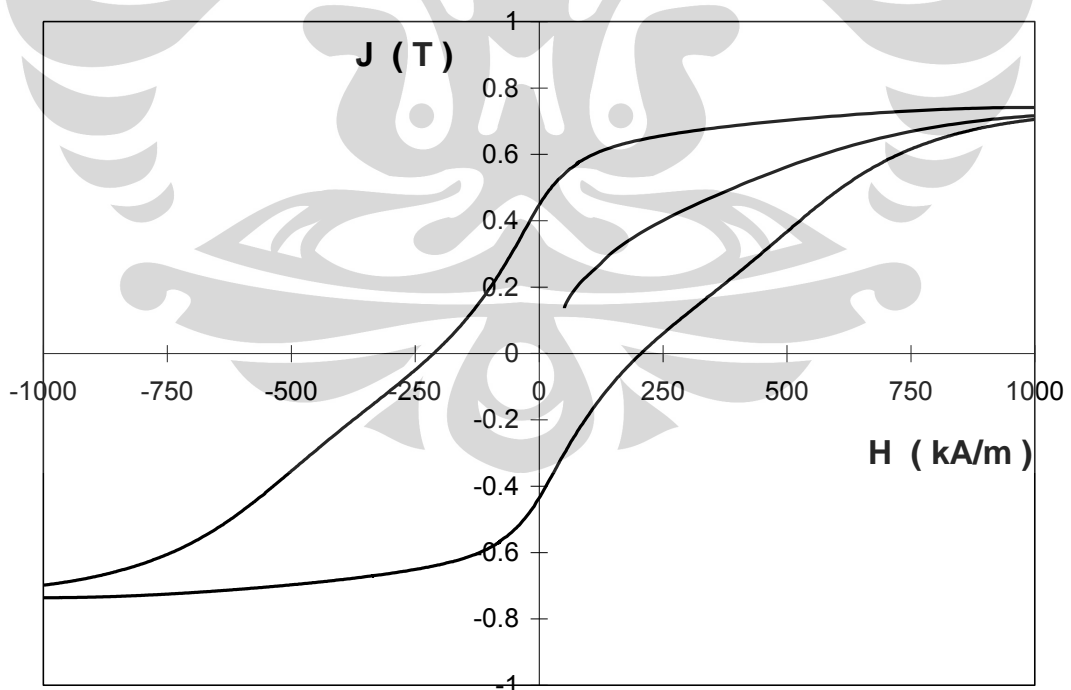
Kurva loop histerisis yang diperoleh menginformasikan kurva dari fasa magnet keras. Nilai remanen (Br) yang kecil yaitu ~0,2 tesla dapat dikonfirmasi dari struktur mikro hasil dari foto SEM. Dominasi porositas sebagai sumber demagnetisasi dan butir-butir fasa magnet yang besar menjadi faktor utama kecilnya sifat kemagnetan. Namun demikian secara morfologi memperlihatkan kesamaan butir-butir yang diyakini sebagai butir-butir dari fasa magnet Nd₂Fe₁₄B. Hasil ini merupakan tahapan penting dalam membuat magnet komposit dengan magnet keras Nd₂Fe₁₄B.

4.3. Sintesis Magnet Komposit Sinter Nd₂Fe₁₄B/ Fe₃Si

Paduan Nd₂Fe₁₄B dan Fe₃Si berupa ingot disiapkan untuk membuat magnet komposit sinter dimana Nd₂Fe₁₄B sebagai *matrix* dan Fe₃Si sebagai *filler* dengan komposisi 80% wt Nd₂Fe₁₄B / 20% wt Fe₃Si dan 70% wt Nd₂Fe₁₄B / 30% wt Fe₃Si. Proses pemaduan secara mekanik untuk kedua bahan tersebut dilakukan dengan *vibration disc mill* dalam suasana inert selama 5 menit. Evakuasi serbuk halus dilakukan dalam glove box dalam suasana gas nitrogen pada tekanan 1 atm dan dilanjutkan pencetakan dengan tekanan pada beban maksimum 15 ton. Padatan serbuk magnet komposit (*green compact*) dimasukkan dalam tabung *quartz* yang divakum dengan *rotary pump* dan *diffusion pump* sampai tekanan 10⁻³ torr diikuti dengan proses pencucian dengan gas argon (*flashing*) sebanyak 3 kali untuk memastikan tabung dalam keadaan *inert*. Material magnet komposit dalam tabung *quartz* dalam kondisi inert dengan tekanan gas argon 0,3 atm dilakukan proses perlakuan panas yaitu *sintering* pada suhu 1080°C selama 1 jam dengan pendinginan cepat (*quench*) dalam air dan dilanjutkan dengan *annealing* pada suhu 700°C selama 2 jam. Pengukuran sifat magnet dan struktur mikro pada magnet komposit sinter dengan komposisi Nd₂Fe₁₄B / Fe₃Si.



Gambar 4.21. Kurva loop histerisis material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si sebelum perlakuan panas



Gambar 4.22. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si sebelum perlakuan panas

Gambar 4.21 dan gambar 4.22 memperlihatkan kurva histerisis material magnet komposit 80% wt Nd₂Fe₁₄B / 20% wt Fe₃Si dan 70% wt Nd₂Fe₁₄B / 30% wt Fe₃Si sebelum perlakuan panas. Material magnet komposit yang terukur berupa padatan (*green compact*) serbuk komposit Nd₂Fe₁₄B / Fe₃Si setelah proses penghalusan serbuk selama 5 menit dengan vibration mill dan pemadatan serbuk dengan diameter 12 mm pada beban tekan 15 ton.

Sifat kemagnetan berupa magnetisasi pada medan 2 T (Js), remanen (Br), koersivitas (jHc), dan rapat energi (BH)_{maks} dapat diturunkan dari kurva histerisis tersebut sebagaimana terlampir pada tabel 4.4 berikut.

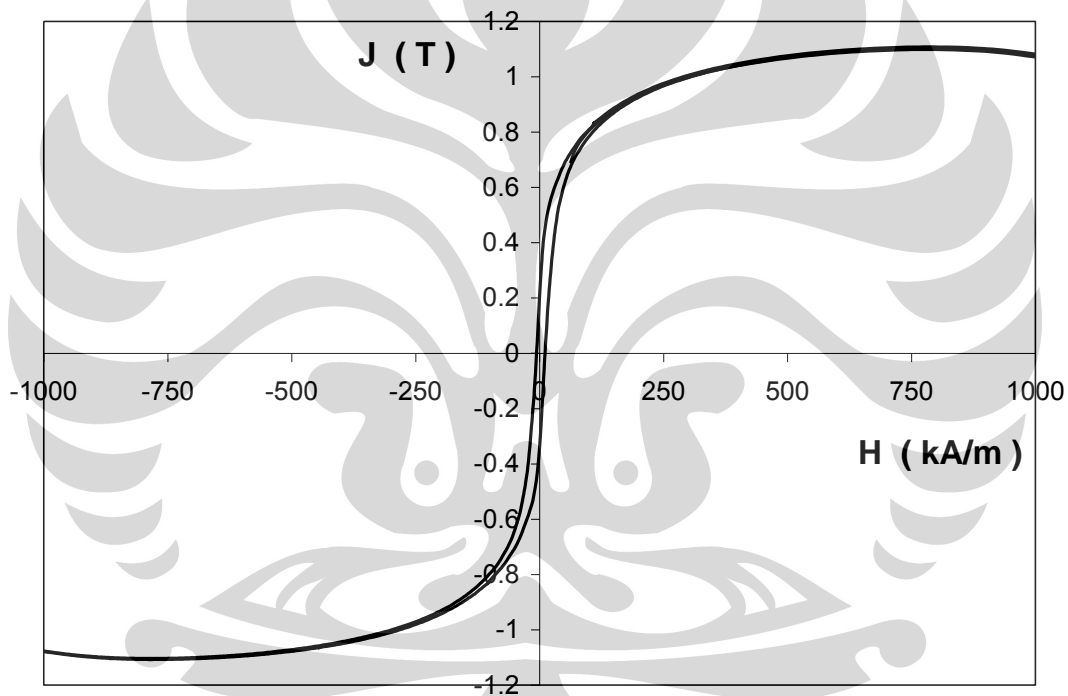
Tabel 4.4. Sifat kemagnetan material magnet komposit 80% wt Nd₂Fe₁₄B / 20% wt Fe₃Si dan 70% wt Nd₂Fe₁₄B / 30% wt Fe₃Si sebelum perlakuan panas

Komposisi	Js (T)	Br (T)	jHc (kA/m)	(BH) _{maks} (kJ/m ³)
80% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 20% wt Fe ₃ Si	0,76	0,369	120,8	7,2
70% wt Nd ₂ Fe ₁₄ B / 30% wt Fe ₃ Si	0,74	0,447	212,4	12,9

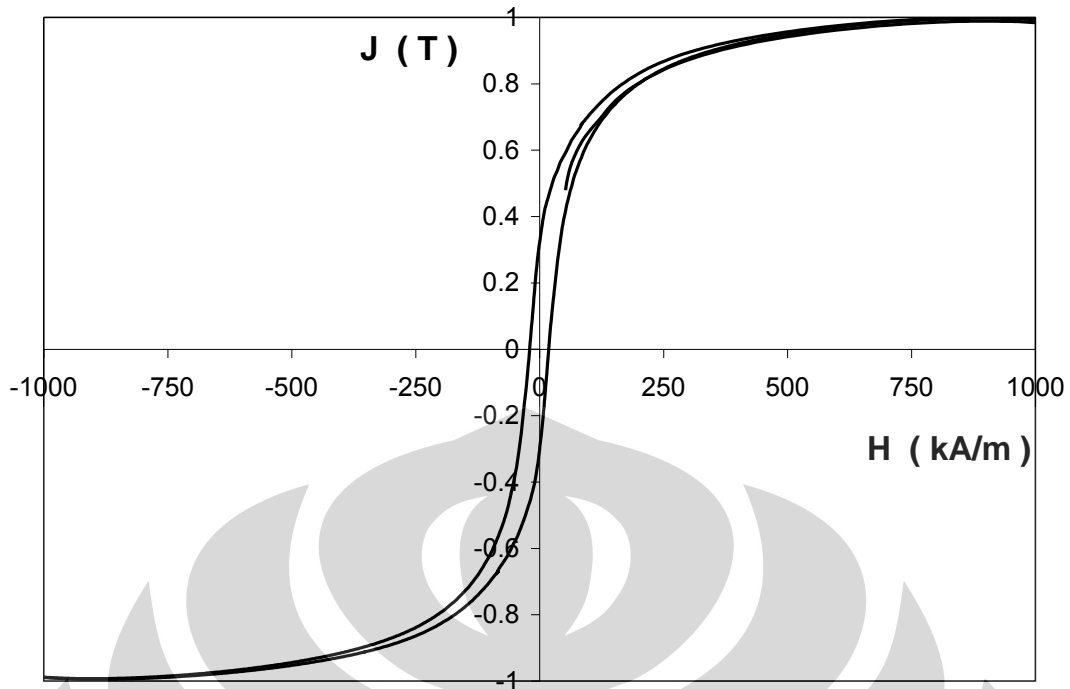
Kurva histerisis yang dihasilkan dan sifat kemagnetan pada tabel 4.4 menunjukkan bahwa material magnet komposit yang terukur menghasilkan kurva histerisis dari magnet keras. Sedangkan sifat magnet yang dihasilkan apabila dibandingkan dengan nilai teoritis untuk nilai remanen yaitu 0,8 T berdasarkan model stoner wohlfarth^[16] telah mnehasilkan 57 % untuk komposisi 80% wt Nd₂Fe₁₄B / 20% wt Fe₃Si dan 79 % untuk 70% wt Nd₂Fe₁₄B / 30% wt Fe₃Si. Medan magnet luar yang diaplikasikan sebesar 2 T pada saat pengukuran menghasilkan kurva histerisis minor, sehingga memungkinkan nilai sifat kemagnetan lebih besar dari yang tertera pada tabel 4.4.

Perlakuan panas dilakukan untuk kedua komposisi tersebut dengan proses sintering pada temperatur 1080°C dan annealing temperatur 700°C mengakibatkan

perubahan dari kurva histerisis dan sifat kemagnetannya sebagaimana ditunjukkan pada gambar 4.23, gambar 4.24, dan tabel 4.5. Pengaruh perlakuan panas mengakibatkan penurunan sifat kemagnetan yang berhubungan dengan terjadinya pertumbuhan butir (*grain growth*). Ukuran butir fasa magnet berhubungan dengan nilai koersivitasnya^[43-44]. Semakin besar ukuran butirnya maka semakin kecil nilai koersivitasnya. Sedangkan nilai remanen B_r menurun tidak terlalu signifikan sebagaimana halnya dengan nilai koersivitas. Ini membuktikan telah terjadi pertumbuhan butir.



Gambar 4.23. Kurva loop histerisis material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas

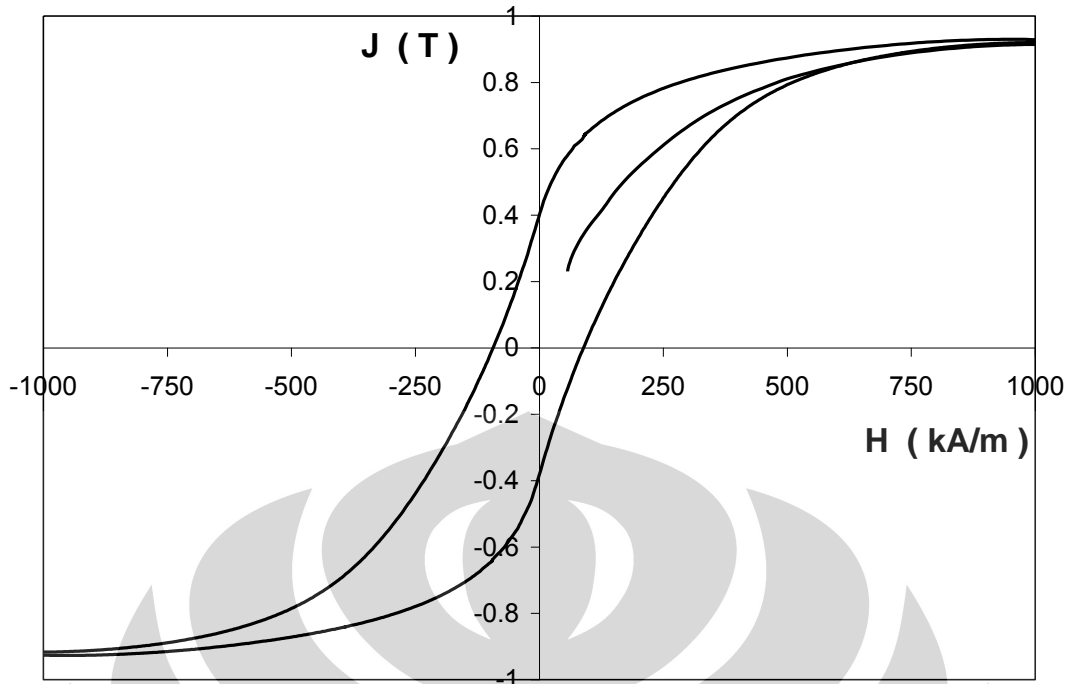


Gambar 4.24. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas

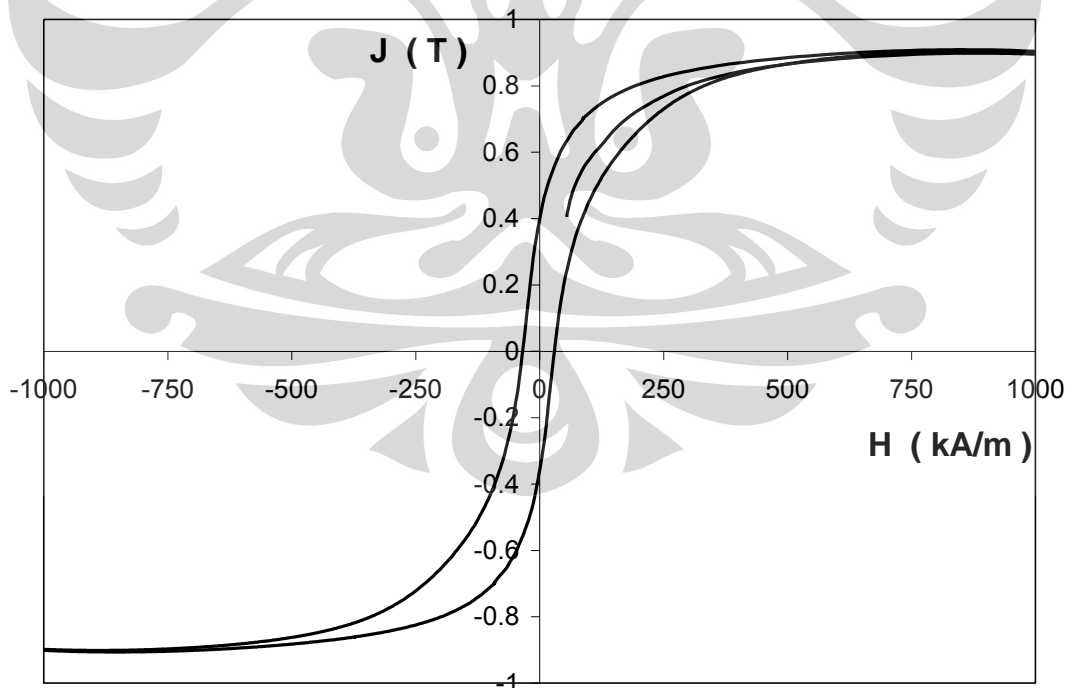
Tabel 4.5. Sifat kemagnetan material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si dan 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas

Komposisi	J_s (T)	B_r (T)	jH_c (kA/m)	$(BH)_{maks}$ (kJ/m ³)
80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si	1,1	0,26	6,32	0,3
70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si	1	0,32	19,92	1,7

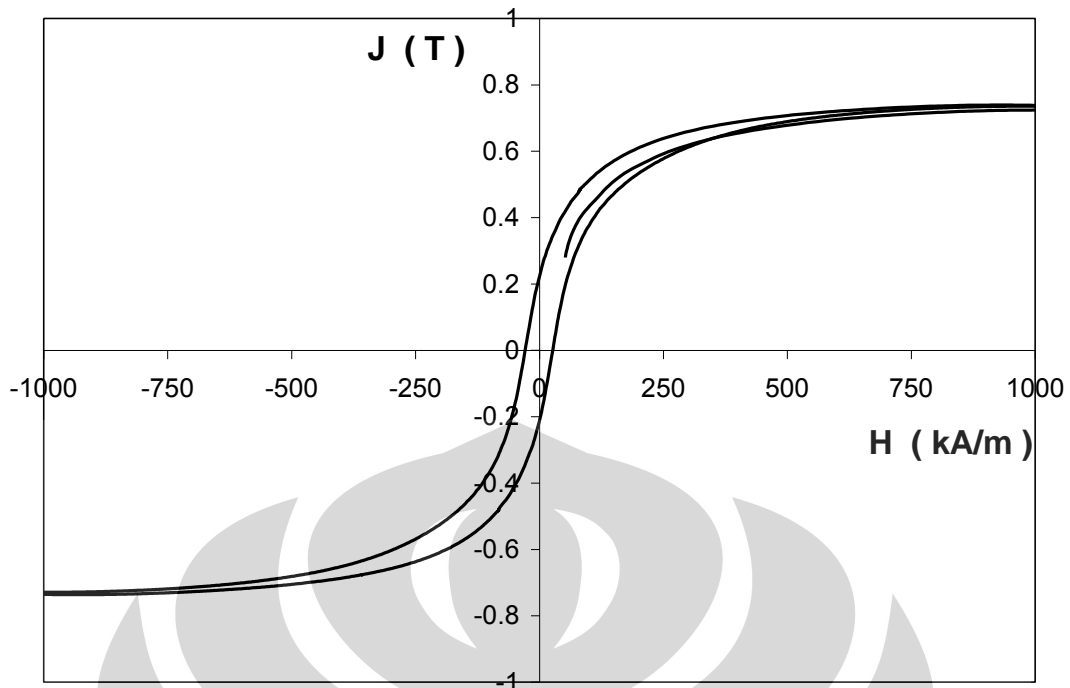
Untuk membuktikan bahwa telah terjadi pertumbuhan butir sehingga menurunkan sifat kemagnetannya dilakukan proses penghalusan untuk material magnet komposit komposisi 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si dengan menggunakan vibration mill dengan variasi waktu penghalusan. Hasil pengukuran berupa kurva histerisis dan sifat kemagnetan dapat ditunjukkan pada gambar 4.25 – 4.27 serta tabel 4.6 berikut.



Gambar 4.25. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan selama 5 menit



Gambar 4.26. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan selama 60 menit



Gambar 4.27. Kurva loop histerisis material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan selama 300 menit

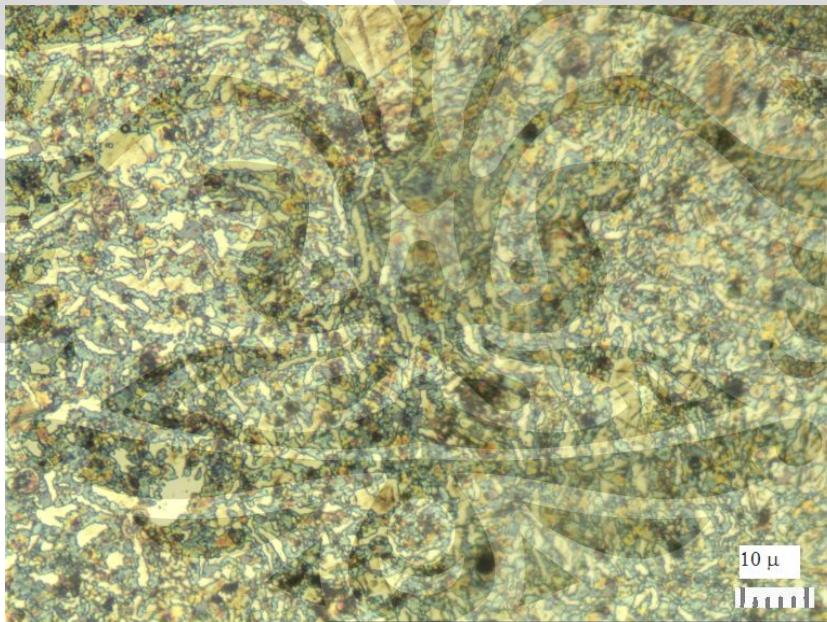
Tabel 4.6. Sifat kemagnetan material magnet komposit 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas dan penghalusan dengan *vibration mill*

Waktu Penghalusan (menit)	J_s (T)	B_r (T)	jH_c (kA/m)	$(BH)_{maks}$ (kJ/m^3)
0	1	0,32	19,92	1,7
5	0,93	0,40	93,20	6,6
60	0,91	0,39	34,11	3,6
300	0,73	0,22	1,5	1,5

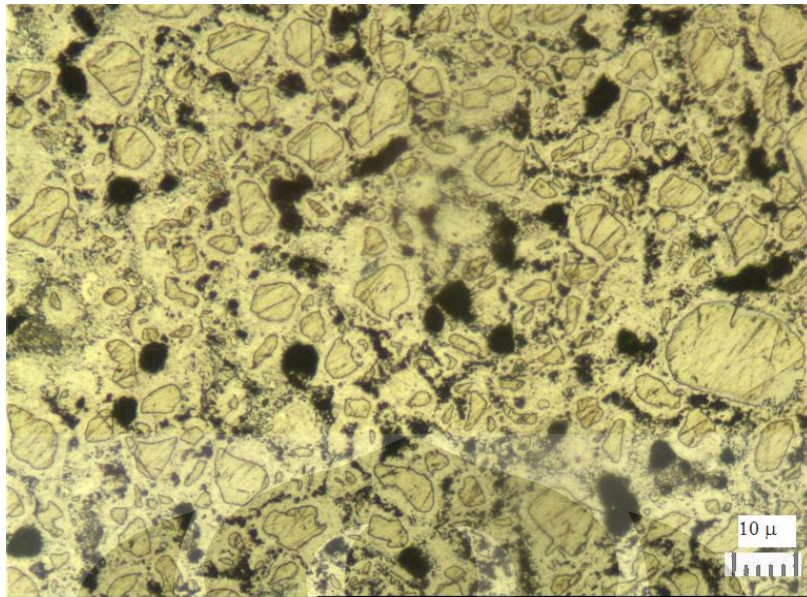
Data sifat kemagnetan tabel 4.6 menginformasikan bahwa penghalusan 5 dan 60 menit meningkatkan nilai remanen. Peningkatan nilai remanen yang diperoleh dari penghalusan sampai dengan 60 menit juga meningkatkan nilai koersivitas. Namun demikian, peningkatan nilai remanen dan koersivitas tidak signifikan dan bahkan pada proses milling dengan waktu lebih lama (300 menit) justru terjadi penurunan nilai remanen dan koersivitas lebih rendah dibandingkan sebelum penghalusan. Hal ini memastikan belum ada faktor lain yang menentukan sifat kemagnetan, di samping

ukuran butir yang besar dan hadirnya fasa-fasa lain terutama fasa magnet lunak bila dalam ukuran yang besar menjadi sebab turunnya nilai remanen dan koersivitas. Dalam kasus ini diduga proses milling dengan waktu relatif lama memiliki kontaminasi dengan fraksi yang terus meningkat dan bersifat merusak sifat kemagnetan material juga meskipun waktu milling yang relatif lama dapat memperkecil ukuran butir. Namun fraksi kontaminasi yang makinmeningkat lebih dominan menurunkan sifat kemagnetan.

Gambar 4.28 memperlihatkan struktur material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si dan 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas. Ukuran butir yang besar di atas $10\ \mu\text{m}$ akibat terjadinya pertumbuhan butir dan porositas yang merupakan sumber demagnetisasi adalah penyebab menurunnya sifat kemagnetan material magnet komposit setelah perlakuan panas.



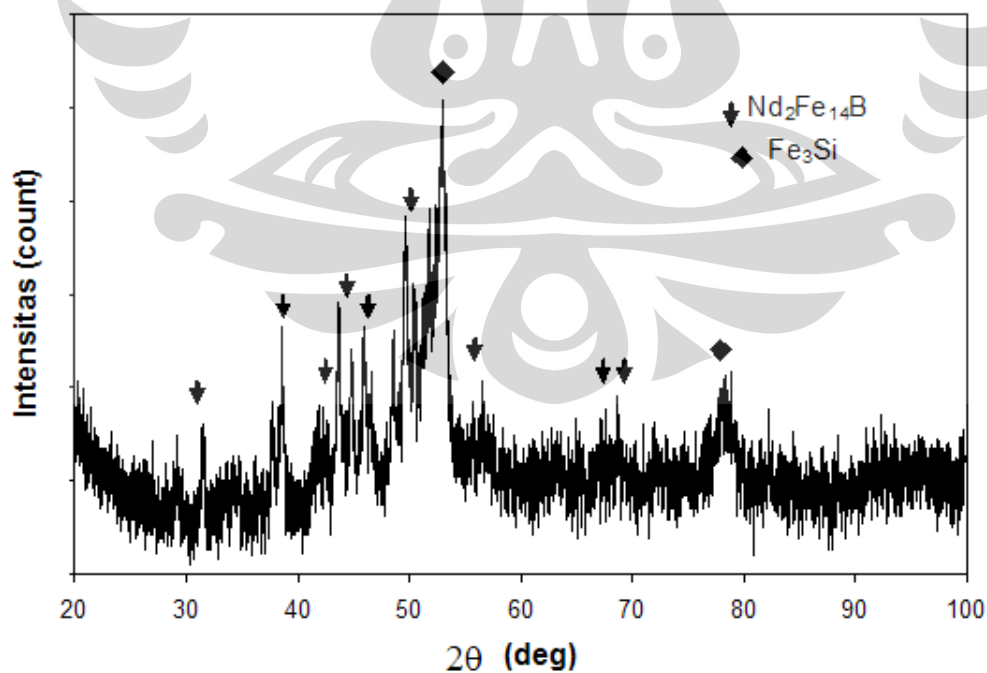
(a)



(b)

Gambar 4.28. Struktur mikro material magnet komposit (a) 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si dan (b) 70% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 30% wt Fe_3Si setelah perlakuan panas

Pengukuran difraksi sinar-x juga dilakukan terhadap material magnet komposit (gambar 4.29) untuk mengetahui fasa-fasa magnet.



Gambar 4.29. Pola difraksi sinar-x material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si setelah proses penghalusan dan sebelum perlakuan panas.

Analisis kualitatif pola difraksi sinar-x untuk material magnet komposit 80% wt $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / 20% wt Fe_3Si setelah proses penghalusan dan sebelum perlakuan panas membuktikan masih dipertahankannya fasa-fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan Fe_3Si .



BAB V

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Dalam penelitian ini, berdasarkan hasil dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dalam preparasi ingot komposisi paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai magnet keras (*hard magnet*) dan Fe_3Si magnet lunak (*soft magnet*) dengan *arc melting furnace* melalui proses pencetakan (*casting*) sebagai media pendinginan.
2. Hasil identifikasi fasa dengan difraksi sinar-x menunjukkan bahwa fasa-fasa bahwa telah terbentuk fasa magnet keras $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai fasa magnet keras serta Fe_3Si sebagai fasa magnet lunak.
3. Analisis struktur mikro dari ingot komposisi paduan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai magnet keras (*hard magnet*) dan Fe_3Si magnet lunak (*soft magnet*) menunjukkan bentuk butir (*grain*) yang belum sempurna dan ukuran sekitar lebih dari 10 μm .
4. Nilai temperatur curie T_c antara paduan Nd-Fe-B untuk beberapa bentuk dan setelah perlakuan panas menunjukkan fasa magnet keras $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yaitu 312°C dapat dipertahankan.
5. Proses perlakuan panas untuk sintesis magnet sinter $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan magnet komposit sinter $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}+\text{Fe}_3\text{Si}$ dapat mempertahankan fasa magnet.
6. Sistem komposit $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$ yang dipelajari dengan mengambil sampai dengan 30 wt % Fe_3Si memperlihatkan kenaikan remanen pada kurva histerisis minor dari ~ 0,2 T pada sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ menjadi ~ 0,4 T pada sistem komposit $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{Si}$.
7. Magnet permanen sistem komposit yang dipersiapkan melalui penghalusan kembali berpeluang menjadi magnet permanen nano komposit yang memiliki sifat kemagnetan lebih unggul.

5.2. Saran

Dalam penelitian ini terutama material yang digunakan sangat mudah teroksidasi sehingga dapat menyebabkan dekomposisi fasa magnetik, dalam setiap tahapan harus dipastikan dalam kondisi inert bebas oksida. Untuk itu perlu ada fasilitas yang memastikan syarat tersebut dapat terpenuhi seperti vakum yang optimal, tekanan, dan temperatur yang stabil.

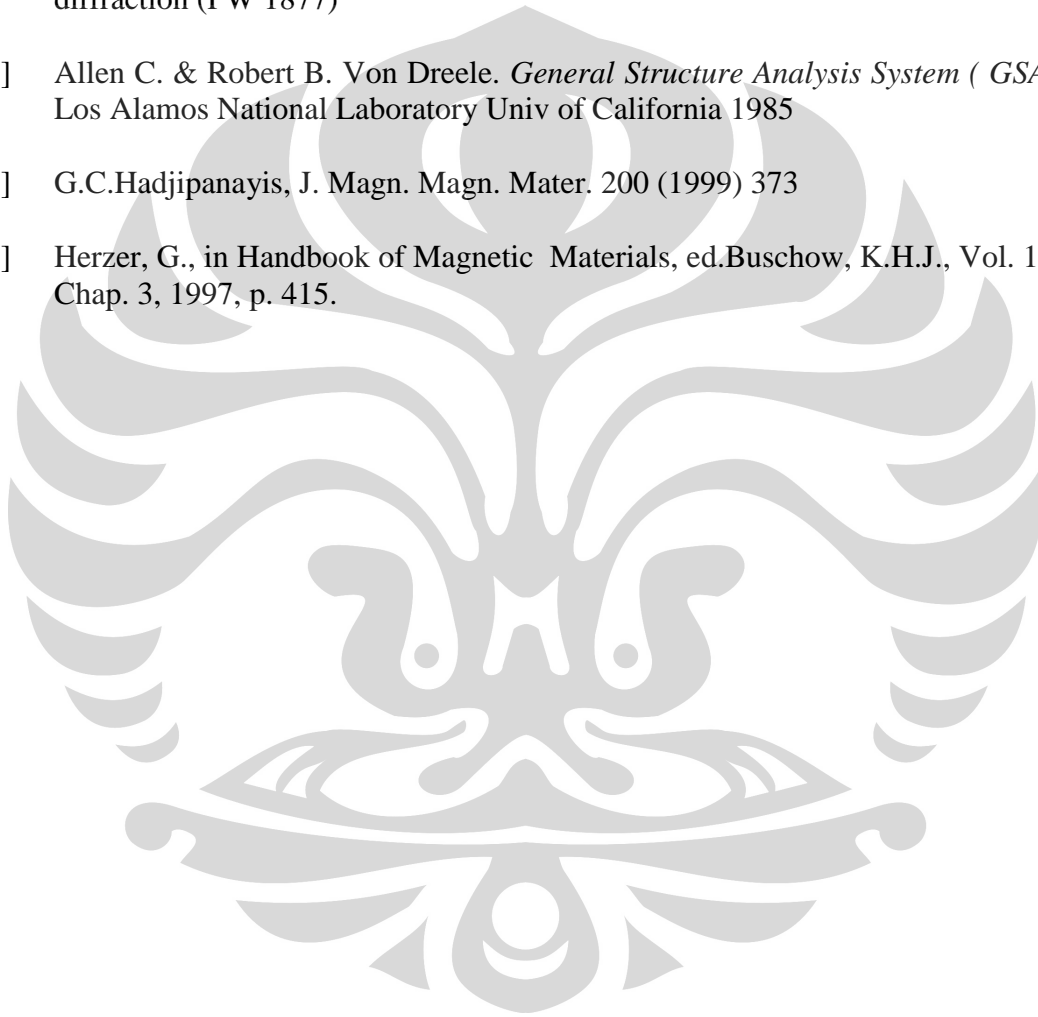


DAFTAR ACUAN

- [01]. M. Sagawa, S. Fujimura, N. Togawa, H. Yamamoto and Y. Matsuura, *J. Appl. Phys.*, 55 (1984), pp. 2083-2087
- [02]. M. Sagawa, S. Fujimura, H. Yamamoto, Y. Matsuura and S. Hirosawa, *J. Appl. Phys.*, 55 (1985), pp. 4094-4096
- [03]. J.J. Croat, J.F. Herbst, R.W. Lee and F.E. Pinkerton, *Appl. Phys. Lett.*, 55 (1984), 148
- [04]. K.J. Strnat, "Ferro Magnetic Materials", ed. E.P. Wohlfarth and K.H.J. Buschow, North-Holland, vol.4, Amsterdam (1988), pp. 131-210
- [05]. M.McCaig and A.G. Clegg, *Permanent Magnets in Theory and Practice*, 2nd edition, Prentech Press, London (1987)
- [06]. G. Hoffer and Strnat, *IEEE Trans. Magn. Mag.* 21 (1966), 487. M. Sagawa, S. Fujimura, H. Yamamoto, Y. Matsuura and S. Hirosawa, *J. Appl. Phys.*, 57 (1984), 2078
- [07]. J. Smit and H.P.J. Wijn, "Ferrite", Willey, New York (1959)
- [08]. J. Ormerod, *Metals and Materials*, 4 (1989), 478-482
- [09]. K.H.J. Buschow, *Mat. Sci. Reports*, 1 (1986), pp 1-64
- [10]. H.A. Davies, in *Rapidly Quenched Metals III*, ed. B.Cantor, 1, the Chameleon Press Ltd, London (1988), pp 8-14
- [11]. R. Skomski and J.M.D. Coey, *IEEE Trans. Magn.*, 29 (1993), 2860
- [12]. C. Suryanarayana, *Int. Materials Reviews*, 40 (1995), 41
- [13]. J Fidler, *Physics and Magnetic Materials*, Institut für Angewandte und Technische Physik, TU Wien. Wiedner Hauptstraße 8-10, 1040 Wien
- [14]. A. Manaf, R.A. Buckley, H.A. Davies and M. Leonowicz, "Enhanced Magnetic Properties in Rapidly Solidified FeNdB Based Alloys", *J. Magn. Magn. Mater.*, 101, 360-362 (1991).
- [15]. A. Manaf, M. Leonowicz, H.A. Davies and R.A. Buckley, "Effect of Grain Size and Microstructure on Magnetic Properties of Rapidly Solidified $F_{82.4}Nd_{13.1}B_{4.5}$ ", *J. Appl. Phys.*, 70, 6366-6368 (1991).
- [16]. E.C. Stoner and E.P. Wohlfarth, *Phil. Trans. Soc.*, A-240 (1948), 599
- [17]. A. Manaf, M. Leonowicz, H.A. Davies and R.A. Buckley, "Nanocrystalline Fe-Nd-B Type Permanent Magnet Materials with Enhanced Remanence", *Materials Letters*, 13, 194-198 (1992).

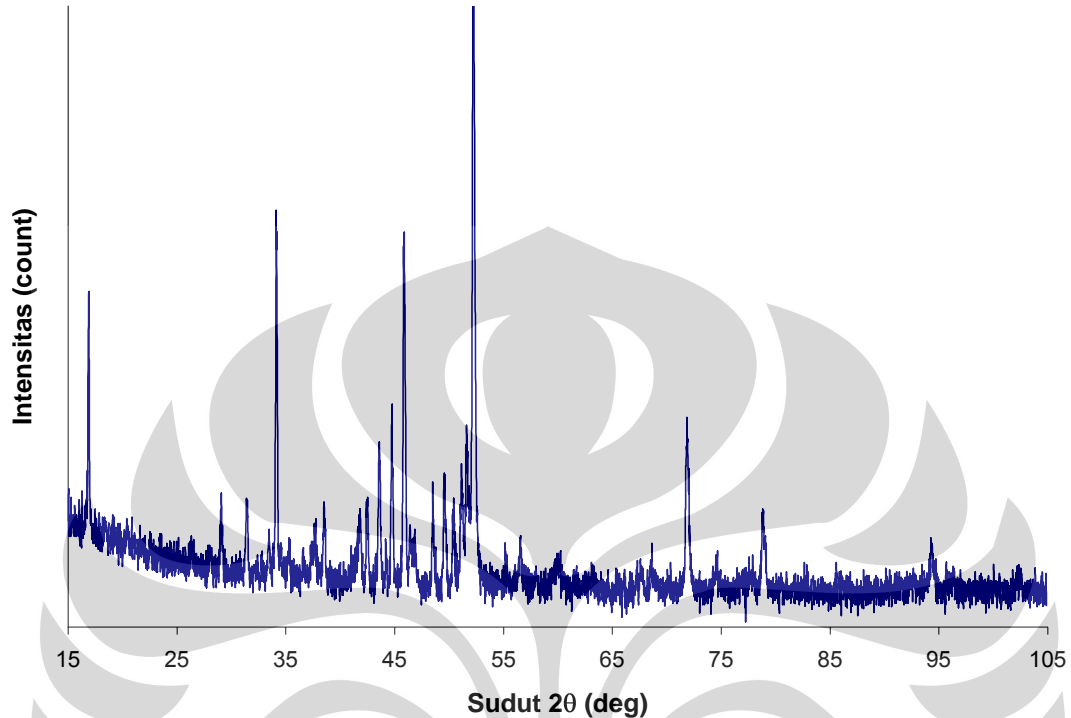
- [18] M. Mc Craig, 'Permanent Magnets in Theory and Practice', 2nd edition, Pentech Press, London (1987)
- [19] K.H.J. Buschow, A.M. Van Diepen and H.W. de Wijn, Solid State Commun. 15 (1974) 903.
- [20] N.F. Chaban, Yu. B. Kuz'ma, N.S. Bilonizhko, O.O. Kachmar and N.V. Petrov, Depov. Akad. Nauk USSR Ser. A, Fiz. Mat. Tekh, Nauki 10 (1979) 873
- [21] R. Grossinger, R. Krewenka, X.K. Sun, K.H.J. Buschow, R.Eibler and H.R. Kirchmayr, J. Less-Common Met. (1986).
- [22] Y.C. Yang, W.W. Ho, H.Y. Chen, J. Wang, J. Lan. J. Appl. Phys 57 (1985) L9
- [23] H.C. Ku, J.C. Chen, L.S. Yen, J. Magn. Mat. 54-57 (1986) 533.
- [24] S. Gerhard, H. Ernst-Henig, G.Bernd, K. Gerhard. Concerted European Action on Magnets (CEAM) p.344 (1989)
- [25]. Erfan Handoko dan Azwar Manaf., "*Studi Sifat Magnetik Material Magnet Sinter Nd-Fe-B*", Jurnal Sains Material Indonesia Vol. 7 No.11 Oktober 2005
- [26]. Erfan Handoko dan Azwar Manaf., "*Induksi Anisotropi Pada Material Magnet Sinter Nd-Fe-B*", Jurnal Sains Material Indonesia Edisi Khusus Oktober 2007
- [27] J. Ding, P.G. McCormick, R. Street, J. Magn. Magn. Mater. 135 (1994) 200
- [28] P.A.I. Smith, P.G. McCormick, R. Street, Mater. Sci. Forum 179-181 (1995) 527.
- [29] W. Kaszuwara, M. Leonowicz. J. Mag. Magnetic Mat. 242-245 (2002) 1366-1368
- [30] D.H. Ping, K. Hono, T. Hidada, T. Yamamoto, A. Fukuno. J. Mag. Magnetic Mat. 277 (2004) 337-343
- [31] I. Mikio, M. Kazuhiko, U. Takashi, K. Shigeru, N.Hiroshi. J. Alloys and Comp. 329 (2001) 272-277
- [32] R. Coehoorn, D.B. de Mooij, J.P.W.B. Duchateau, K.H.J. Buschow, J. de Phys. 49 (1988) C8-669.
- [33] R. Coehoorn, D.B. de Mooij, C.D. deWaard, J. Magn. Magn. Mater. 80 (1989) 101
- [34] W.F. Miao, J. Ding, P.G. McCormick, R. Street, J. Phys. D 29 (1996) 2370.

- [35] W.F. Miao, J. Ding, P.G. McCormick, R. Street, *J. Alloys Comp.* 240 (1996) 200
- [36] J. Ding, P.G. McCormick, R. Street, *J. Magn. Magn. Mater.* 124 (1993) 1
- [37] J. Ding, Y. Liu, R. Street, P.G. McCormick, *J. Appl. Phys.* 75 (1994) 1032
- [38] Cullity, B.D, 1978, *Element of X-Ray Diffraction*, Addison Wesley Publishing company, Inc, Phillipines.
- [39] APD Software Operation Manual edisi 4. 1992. Software for automatic powder diffraction (PW 1877)
- [40] Allen C. & Robert B. Von Dreele. *General Structure Analysis System (GSAS)*, Los Alamos National Laboratory Univ of California 1985
- [43] G.C.Hadjipanayis, *J. Magn. Magn. Mater.* 200 (1999) 373
- [44] Herzer, G., in *Handbook of Magnetic Materials*, ed. Buschow, K.H.J., Vol. 10, Chap. 3, 1997, p. 415.



Lampiran 1.

Identifikasi fasa-fasa data difraksi sinar-x

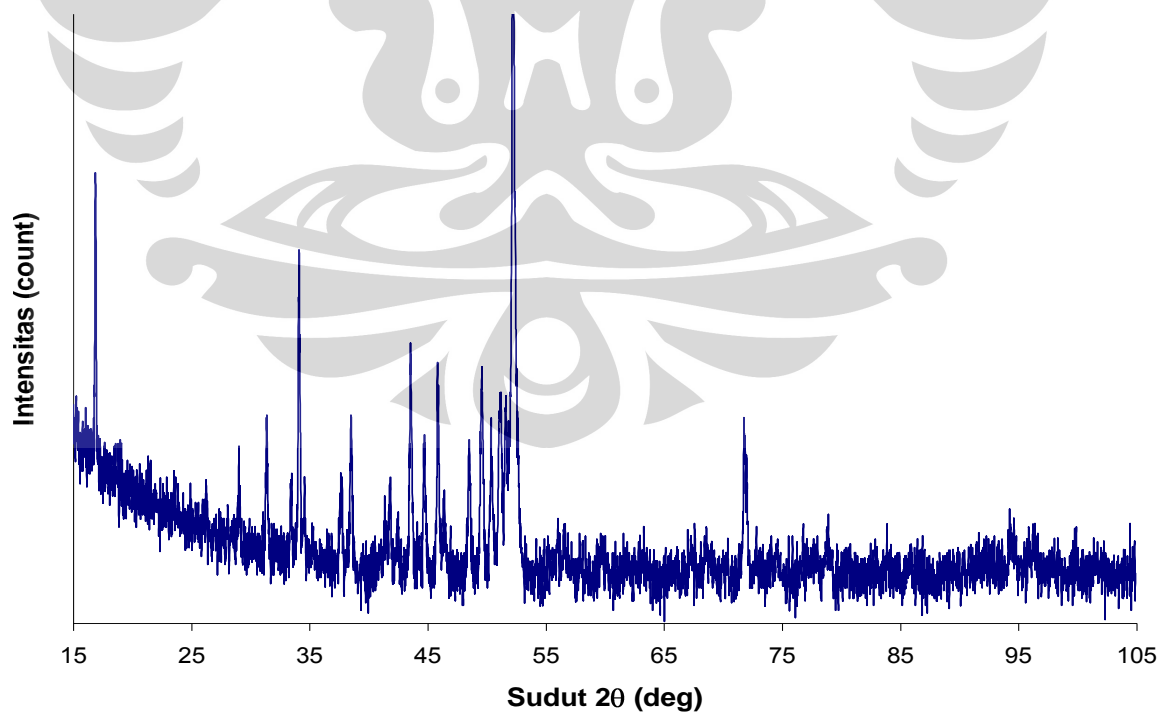


Gambar 1. Pola difraksi sinar-x ingot $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk plat tebal 2 mm tanpa proses perlakuan panas

Tabel.1. Data difraksi sinar-x dan fasa-fasa yang teridentifikasi dari sampel ingot $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk plat tebal 2 mm tanpa proses perlakuan panas

No	Intensitas relatif (%)	d_{hkl} teori (Å)	Intensitas relatif (%)	d_{hkl} eks (Å)	(h k l)	fasa	Sistem kristal
1.			38.9	6.0835	0 0 2		
2.	13	3.93634	3.7	3.9259	2 1 0	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
3.	5	3.69130	2.3	3.6896	1 0 3	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
4.	38	3.56879	10.7	3.5635	2 0 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
5.	42	3.30812	11.4	3.3014	2 1 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
6.	18	3.11224	6.4	3.1069	2 2 0	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
7.	15	3.05079	59.2	3.0464	0 0 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
8.	17	3.01551	4.7	2.9461	2 2 1	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
9.	10	2.85283	4.3	2.8484	3 0 1	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
10.	32	2.77268	7.8	2.7685	2 2 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
11.	55	2.71377	12.2	2.7117	3 1 1	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
12.	29	2.50756	10.7	2.5034	2 0 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
13.	14	2.47217	12.4	2.4691	2 2 3	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
14.	73	2.41191	22.6	2.4099	2 1 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal

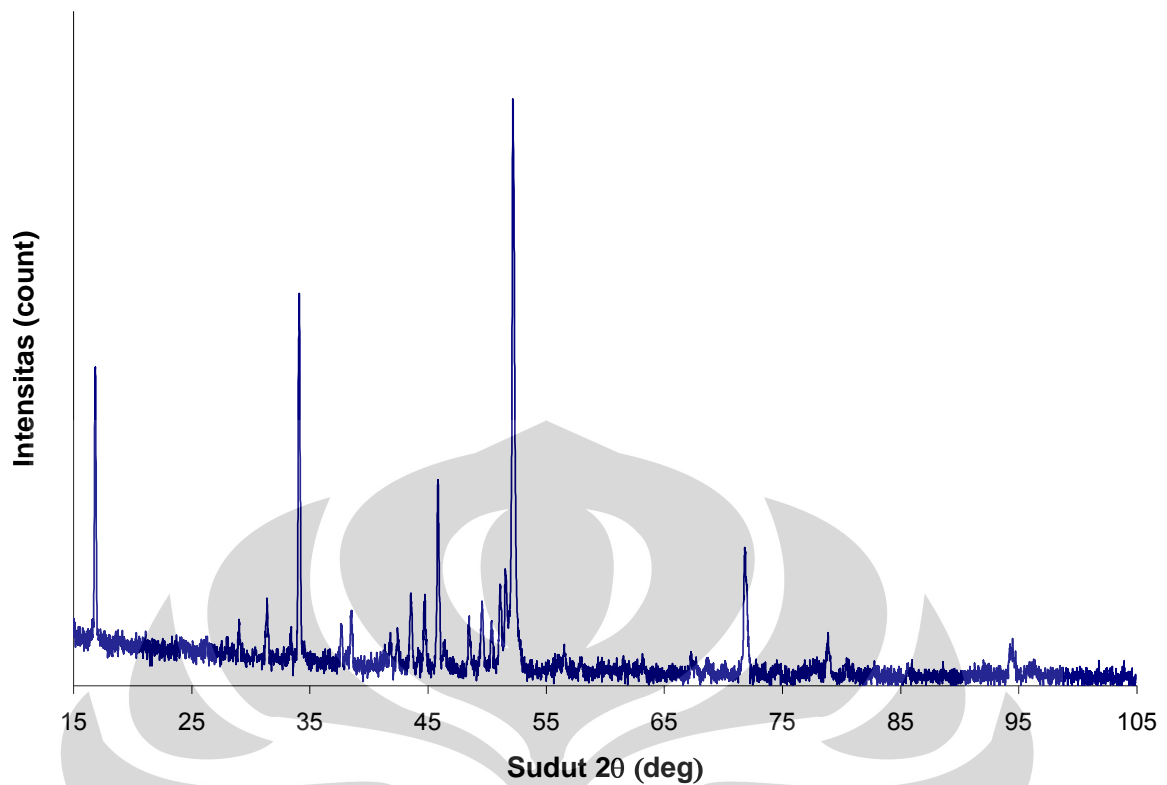
15.	14	2.37989	3.4	2.3762	3 0 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
16.	53	2.35231	27.2	2.3498	1 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
17.	50	2.29743	49.8	2.2961	3 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
18.	20	2.26743	8.3	2.2699	3 2 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
19.			5.7	2.2495			
20.	45	2.17872	17.1	2.1770	2 2 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
21.	100	2.13539	15.3	2.1353	4 1 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
22.	52	2.10363	11.6	2.1002	4 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
23.	42	2.07061	17.6	2.0724	4 0 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
24.	58	2.05673	22.3	2.0552	3 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
25.	30	2.03434	100	2.0326	3 3 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
26.	8	1.93334	81.7	2.0280	2 2 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
27.	11	1.90657	5.6	1.9308	3 2 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
28.	17	1.87658	6.9	1.8878	3 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
29.	10	1.84867	3.8	1.7864	2 1 6	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
30.	9	1.70992	1.9	1.7073	5 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
31.	16	1.61616	3.3	1.6060	4 3 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
32.	19	1.58937	3.8	1.5879	5 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
33.	5	1.55663	24.9	1.5281	4 4 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
34.	5	1.52155	4.3	1.4792	0 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
35.	6	1.50738	2.2	1.4276	4 4 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
36.	15	1.47784	12.4	1.4121	3 1 7	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
37.	10	1.44136	2.2	1.3836	2 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
38.	5	1.31701	1.2	1.3114	6 2 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
39.	5	1.24922	6.9	1.2199	5 5 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
40.	11	1.20579	1.4	1.2046	7 0 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
41.	5	1.11546	2.6	1.1495	5 2 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal



Gambar 2. Pola difraksi sinar-x ingot Nd₂Fe₁₄B melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk plat tebal 1 mm tanpa proses perlakuan panas

Tabel.2. Data difraksi sinar-X dan fasa-fasa yang teridentifikasi dari sampel ingot Nd₂Fe₁₄B melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk plat tebal 1 mm tanpa proses perlakuan panas

No	Intensitas relatif (%)	d _{hkl} teori (Å)	Intensitas relatif (%)	d _{hkl} eks (Å)	(h k l)	fasa	Sistem kristal
1.			45.9	6.0961	0 0 2		
2.	13	3.93634	7.7	3.9376	2 1 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
3.	5	3.69130	3.7	3.6845	1 0 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
4.	38	3.56879	8.7	3.5683	2 0 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
5.	42	3.30812	20.8	3.3081	2 1 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
6.	18	3.11224	11.2	3.1096	2 2 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
7.	15	3.05079	43.7	3.0520	0 0 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
8.	17	3.01551	9.6	3.0105	2 2 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
9.	32	2.77268	10.1	2.7699	2 2 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
10.	55	2.71377	27.1	2.7131	3 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
11.	29	2.50756	14.7	2.5045	2 0 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
12.	14	2.47217	5.9	2.4710	2 2 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
13.	73	2.41191	33.7	2.4118	2 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
14.	53	2.35231	20.4	2.3528	1 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
15.	50	2.29743	33.2	2.2970	3 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
16.	20	2.26743	8.4	2.2708	3 2 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
17.			5.7	2.2495			
18.	45	2.17872	20	2.1804	2 2 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
19.	100	2.13539	33.7	2.1343	4 1 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
20.	52	2.10363	19.7	2.1014	4 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
21.	42	2.07061	29.6	2.0717	4 0 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
22.	58	2.05673	27.9	2.0559	3 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
23.	30	2.03434	100	2.0396	3 3 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
24.	17	1.87658	6.1	1.9045	3 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
25.	10	1.84867	3.3	1.7919	2 1 6	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
26.	9	1.70992	2.9	1.6626	5 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
27.	16	1.61616	4.4	1.6131	4 3 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
28.	19	1.58937	5.7	1.5887	5 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
29.	5	1.55663	21.9	1.5256	4 4 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
30.	5	1.52155	4.4	1.4757	0 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
31.	6	1.50738	3.1	1.4333	4 4 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
32.	15	1.47784	6.9	1.4094	3 1 7	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
33.	10	1.44136	2.3	1.3830	2 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
34.	5	1.24922	6.1	1.2203	5 5 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
35.	11	1.20579	5.1	1.2006	7 0 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal

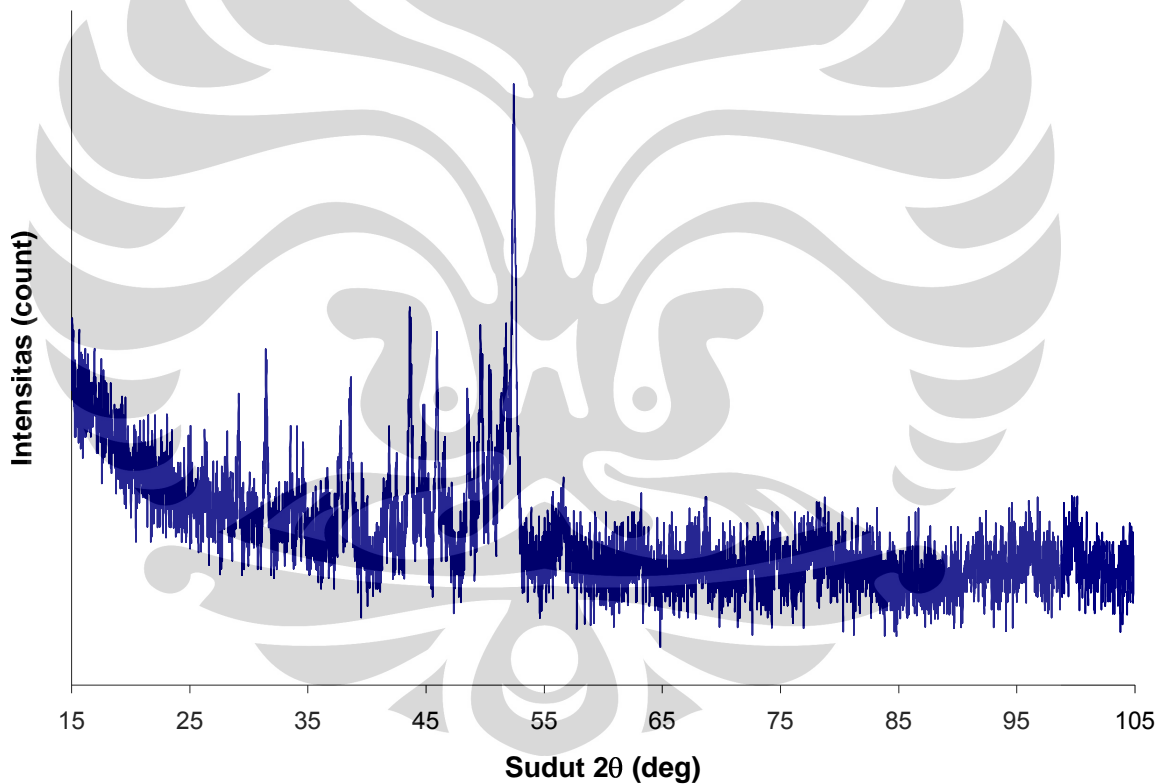


Gambar 3. Pola difraksi sinar-x ingot $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk plat tebal 0,5 mm tanpa proses perlakuan panas

Tabel.3. Data difraksi sinar-X dan fasa-fasa yang teridentifikasi dari sampel ingot $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk plat tebal 0.5 mm tanpa proses perlakuan panas

No	Intensitas relatif (%)	d_{hkl} teori (Å)	Intensitas relatif (%)	d_{hkl} eks (Å)	(h k l)	fasa	Sistem kristal
			47.9	6.1069		$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
1.			30,9	4.9026			
3.	38	3.56879	5.3	3.5695	2 0 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
4.	42	3.30812	7.7	3.3066	2 1 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
5.	18	3.11224	5.1	3.1105	2 2 0	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
6.	15	3.05079	63.8	3.0477	0 0 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
9.	32	2.77268	5.7	2.7696	2 2 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
10.	55	2.71377	9.1	2.7114	3 1 1	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
11.	29	2.50756	5.7	2.5062	2 0 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
12.	14	2.47217	4	2.4727	2 2 3	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
13.	73	2.41191	12.5	2.4112	2 1 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
15.	53	2.35231	11.2	2.3493	1 0 5	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
16.	50	2.29743	30.2	2.2968	3 1 3	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
17.	20	2.26743	3.8	2.2717	3 2 2	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal
			5.7	2.2495			
18.	45	2.17872	9.5	2.1776	2 2 4	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	Tetragonal

19.	100	2.13539	10.7	2.1339	4 1 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
20.	52	2.10363	7.4	2.1002	4 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
21.	42	2.07061	14.9	2.0737	4 0 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
22.	58	2.05673	14	2.0574	3 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
23.	30	2.03434	100	2.0336	3 3 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
26.	17	1.87658	4.2	1.8884	3 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
27.	10	1.84867	2.2	1.8459	2 1 6	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
			0.4	1.7208			
28.	9	1.70992	2.3	1.7063	5 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
29.	16	1.61616	3.2	1.6150	4 3 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
30.	19	1.58937	2.0	1.5863	5 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
31.	5	1.55663	21.4	1.5253	4 4 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
32.	5	1.52155	2.0	1.4770	0 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
33.	6	1.50738	2.0	1.4224	4 4 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
35.	10	1.44136	2.2	1.3844	2 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
45.	9	1.22710	4.3	1.2203	2 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
46.	5	1.18633	1.7	1.2009	1 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x ingot Nd₂Fe₁₄B melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk silinder diameter 5 mm tanpa proses perlakuan panas

Tabel.4. Data difraksi sinar-X dan fasa-fasa yang teridentifikasi dari sampel ingot Nd₂Fe₁₄B melalui proses arc melting furnace dengan pendinginan cepat berbentuk silinder diameter 5 mm tanpa proses perlakuan panas

No	Intensitas relatif (%)	d _{hkl} teori (Å)	Intensitas relatif (%)	d _{hkl} eks (Å)	(h k l)	fasa	Sistem kristal
			47.9	6.1069		Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
1.			30,9	4.9026			
3.	38	3.56879	5.3	3.5695	2 0 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
4.	42	3.30812	7.7	3.3066	2 1 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
5.	18	3.11224	5.1	3.1105	2 2 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
6.	15	3.05079	63.8	3.0477	0 0 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
9.	32	2.77268	5.7	2.7696	2 2 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
10.	55	2.71377	9.1	2.7114	3 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
11.	29	2.50756	5.7	2.5062	2 0 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
12.	14	2.47217	4	2.4727	2 2 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
13.	73	2.41191	12.5	2.4112	2 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
15.	53	2.35231	11.2	2.3493	1 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
16.	50	2.29743	30.2	2.2968	3 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
17.	20	2.26743	3.8	2.2717	3 2 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
			5.7	2.2495			
18.	45	2.17872	9.5	2.1776	2 2 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
19.	100	2.13539	10.7	2.1339	4 1 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
20.	52	2.10363	7.4	2.1002	4 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
21.	42	2.07061	14.9	2.0737	4 0 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
22.	58	2.05673	14	2.0574	3 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
23.	30	2.03434	100	2.0336	3 3 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
26.	17	1.87658	4.2	1.8884	3 0 5	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
27.	10	1.84867	2.2	1.8459	2 1 6	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
			0.4	1.7208			
28.	9	1.70992	2.3	1.7063	5 1 1	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
29.	16	1.61616	3.2	1.6150	4 3 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
30.	19	1.58937	2.0	1.5863	5 1 3	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
31.	5	1.55663	21.4	1.5253	4 4 0	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
32.	5	1.52155	2.0	1.4770	0 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
33.	6	1.50738	2.0	1.4224	4 4 2	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
35.	10	1.44136	2.2	1.3844	2 0 8	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
45.	9	1.22710	4.3	1.2203	2 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal
46.	5	1.18633	1.7	1.2009	1 1 4	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Tetragonal