

PEMBENTUKAN STRUKTUR MIKRO DAN SIFAT MAGNETIK $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ MELALUI CARA SINTERING

Ma be Siahaan
Peneliti Pusat Teknologi Dirgantara Terapan LAPAN
e-mail: mabesiahaan@yahoo.co.uk

ABSTRACT

The studies, observation of microstructure and magnetic coercivity of the permanent magnet sample have been done through a metallurgy powders technique preparation process. The raw materials with the composition of $\text{Sm}(\text{Co}, \text{Cu}, \text{Fe}, \text{Zr})_{1-s.5}$ (at.%) initially in the form of powders alloys with the mean particle size of was 20-30 μm . This powder is compacted through one direction pressed in the dies and then following with heat treatment steps. After sintering steps and homogeneity of each at a temperatures of 1190°C and 1130°C , the solid sample achieved with $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ is mainly the magnetics phase. Further heat treatment that their received the next annealing at the temperature of 850°C and then followed with slowly cooling at $-10^\circ\text{C}/\text{minute}$ until room temperature. And have succeeded to form cellular structures on the matrixs of magnetics phases while other phases in the form of grain boundary and the magnetics coercivity. Conclusion from result of this study is compared with the result of former research.

ABSTRAK

Telah dilakukan kajian, pengamatan struktur mikro dan koersivitas magnetik pada sampel magnet permanen melalui suatu proses preparasi dengan teknik metalurgi serbuk. Material awal berupa paduan serbuk halus dengan komposisi $\text{Sm}(\text{Co}, \text{Cu}, \text{Fe}, \text{Zr})_{1-s.5}$ (at.%) dengan ukuran rata-rata 20-30 μm dipadatkan melalui pemadatan satu arah dalam suatu cetakan untuk kemudian menjalani tahapan-tahapan perlakuan panas. Sampel padat dengan fasa magnetik utama $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tercapai setelah tahapan pemanasan sintering dan homogenisasi masing-masing pada temperatur 1190°C dan 1130°C . Pemanasan lanjut dari sampel berupa tahapan anil pada 850°C yang diikuti dengan pendinginan $-10^\circ\text{C}/\text{menit}$ sampai mencapai temperatur 400°C berhasil membentuk struktur selular pada matrik fasa magnetik utama, membentuk fasa lain berupa batas butir dan koersivitas magnetik. Kesimpulan dari hasil kajian tersebut dapat dijadikan sebagai perbandingan terhadap hasil penelitian terdahulu.

Kata kunci; *Magnet permanen, $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, Proses sintering, Struktur mikro, Koersivitas.*

1 PENDAHULUAN

Pada abad ke-6 SM filosofis Yunani yang bernama Thales adalah orang pertama yang mengamati fenomena kemagnetan material, ditampilkan pada <http://www.aacg.bham.ac.uk>. Sejak itu, sampai tahun 1600 pemahaman tentang kemagnetan modern telah dimulai. Proses-proses material magnetik permanen secara bertahap telah mencapai banyak

kemajuan, dan berbagai material magnet ditemukan dan dikembangkan sebelum digantikan dengan satu jenis yang baru lagi. Kecenderungan ini menunjukkan bahwa perkembangan material-material magnet permanen secara keseluruhan hingga abad ke-20 menunjukkan kemajuan nilai energi produk maksimum, (BH)_{maks.} dari material magnetik permanen, seperti yang disajikan pada

<http://www.aacg.bham.ac.uk>, Gutfleisch O. (2000) dan Coey J. M. D. (1997).

Magnet permanen dengan senyawa berbasis logam transisi dan tanah jarang secara luas telah diteliti dan sifat magnetiknya berhasil diperbaiki dari waktu ke waktu. Generasi awal magnet permanen logam tanah jarang bertumpu pada dua fasa magnetik penting utama masing-masing SmCos yang dikembangkan pertama kali oleh Das pada tahun 1969, sebagaimana diungkapkan oleh Wohlfarth E. P. (1988) dan Sm₂Coi₇ oleh Strnat Karl J. (1972) melalui proses konvensional sintering atau metalurgi serbuk. Kekuatan fasa magnetik ini terletak pada relatif tingginya polarisasi total, J_s yang mencapai 1,25 T untuk fasa magnetik Sm₂Coi₇ dan medan anisotropi, H_A yang relatif tinggi sebesar 5,2 MA/m bahkan lebih tinggi lagi yaitu 20-35 MA/m untuk fasa magnetik SmCos. Dengan sifat intrinsik seperti itu, maka magnet permanen dengan basis fasa magnetik Sm₂Coi₇ berpeluang memiliki densitas energi secara teoritik sebesar 310 kJ.n³ (J_s²/4no, Mo adalah permeabilitas) .

Namun, dalam awal pengembangannya sifat kemagnetan yang diperoleh masih sangat rendah, misalnya setelah 10 tahun pengembangannya magnet permanen dengan fasa utama Sm₂Coi₇ koersivitasnya baru mencapai hanya sebesar 240 kA.nv¹ atau kurang lebih 1,2 % dari nilai teoritiknya, yang secara jelas dapat dilihat pada Wohlfarth E. P. (1988). Wohlfarth E. P. (1988) juga telah menjelaskan bahwa pada tahun 1974, Senno dan Tawara mehsutstitusi sebagian Co dengan Cu untuk mempromosi presipitat yang berfungsi menahan pergerakan dinding domain balik sehingga koersivitas magnet dapat meningkat. Peneliti-peneliti lain juga telah melakukan hal yang mirip yaitu mensubstitusi Co dengan unsur-unsur antara lain Fe, Zr dan Cu dan diikuti dengan perlakuan panas yang kompleks. Telah berhasil meningkatkan

koersivitas magnet permanen Sm-Co mencapai 520 kA.nv¹.

Meskipun kenaikan tersebut tidak dramatis, namun telah diperlukan waktu kurang lebih satu dekade. Hal ini menunjukkan bahwa sifat kemagnetan magnet permanen sangat dipengaruhi oleh mikrostruktur dari magnet itu sendiri. Dengan perkataan lain, diperlukan proses preparasi yang tepat termasuk komposisi dan perlakuan agar dapat menghasilkan sifat magnetik yang optimal. Pada akhir abad 20 hingga awal abad 21, banyak peneliti dengan berbagai metode telah melakukan penelitian Sm₂C017. Di antara metode tersebut adalah metode "*melt spinning*" yang menambahkan unsur-unsur Ni, Fe, Cu dan Zr untuk meningkatkan koersivitas magnet seperti yang disajikan oleh Liu J. F. (1999), Makridis S. S. (2002), Tang W. (2002) dan Yan A. (2002), dan metode "*argon arc-melting*" yang menambahkan unsur Ti sehingga meningkatkan anisotropi, seperti yang ditemukan oleh Wang Wenquan (2003).

Di Indonesia, penelitian tentang magnet berbasis fasa utama SmCos atau Sn[^]Con masih termasuk sangat langka. Tidak banyak ditemukan bahkan belum terdapat sama sekali publikasi yang ditulis oleh peneliti Indonesia tentang magnet permanen SmCo. Hal ini mungkin dikarenakan sulitnya mendapatkan bahan baku untuk pembuatan paduan magnetik Sm-Co serta rumitnya perlakuan panas yang diperlukan untuk mendapatkan mikrostruktur magnet yang tepat.

Dalam tulisan ini, dilaporkan hasil penelitian terhadap material magnetik dengan komposisi Sm(Co,Cu,Fe,Zr)_{8,5} (at.%), terutama proses pembentukan fasa magnetik utama Sm₂Coi₇ melalui suatu tahapan pada proses metalurgi serbuk. Fokus pembahasan ditujukan pada pembentukan mikrostruktur magnet dan koersivitas magnetik yang dihasilkan sebagai konsekuensi dari proses perlakuan panas yang diterima. Dalam hal ini dikaitkan antara parameter

perlakuan terhadap hasil observasi visual terhadap mikrostruktur magnet dengan menggunakan mikroskop elektron dan analisis mikro fasa dengan penganalisis energi, fasa magnetik dengan difraksi sinar-X sedangkan koersivitas magnetik dianalisis dengan magnetometer sampel *vibrating*.

2 PROSEDUR PENELITIAN

Serbuk material magnet Sm (Co, Fe, Cu, Zr)₂Co₇ (at.%) dengan ukuran partikel 30-40 urn diperoleh dari lembaga komersial, dimasukkan ke dalam suatu cetakan berbentuk silinder dengan diameter dalam - 10 mm dan dipadatkan dengan tekanan satu arah sebesar 76-82 MPa menggunakan mesin *hydraulic press* berkapasitas 60 ton. Proses ini menghasilkan sampel padatan muda [*green compact*] berbentuk silinder dengan diameter *- 10 mm dan tinggi 5-7 mm. Selanjutnya padatan muda dimasukkan kedalam tabung quartz dan di vakumkan hingga mencapai tingkat kevakuman - 10⁻³ Torr. Untuk mencapai tingkat steril dari oksigen yang lebih baik, ruang di dalam tabung dialiri dengan gas Ar (99%) beberapa kali dan diakhiri dengan penutupan sehingga menjadi kapsul. Kapsul selanjutnya menjalani perlakuan panas dengan tahapan sinter pada temperatur 1190°C untuk tujuan densifikasi dan diikuti dengan perlakuan homogenisasi pada temperatur 1130°C yang diakhiri dengan perlakuan pendinginan cepat. Tahapan perlakuan berikutnya adalah berupa pemanasan pada temperatur 850°C dengan interval waktu yang bervariasi yaitu 6, 14, dan 20 jam serta diikuti dengan pendinginan lambat dalam dapur pemanas dengan kelajuan pendinginan 1°C/menit hingga mencapai temperatur 400°C untuk selanjutnya kapsul dikeluarkan dari dapur. Keseluruhan tahapan proses ini menghasilkan sampel yang padat dan kuat. Untuk pengamatan struktur mikro sampel kemudian dipoles sampai permukaanUkanya bebas goresan dan diikuti dengan etsa menggunakan campuran

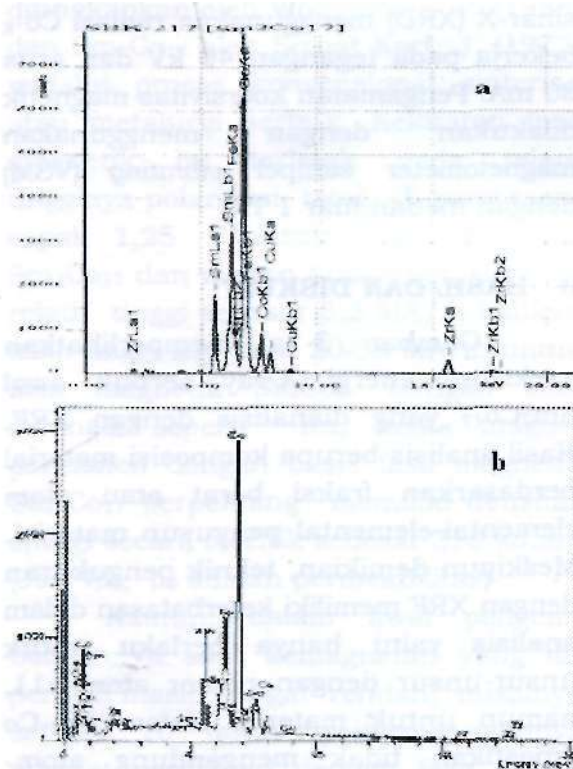
glyserin 70ml dengan asam nitrat 30ml. Pengamatan struktur mikro dilakukan dengan menggunakan mikroskop elektron mode *scanning* (SEM) JEOL JSM-5310 LV yang dilengkapi dengan penganalisa energi [*Energy Dispersive Spectrometer*, EDS) dari *Oxford Instruments* untuk tujuan penentuan komposisi mikro fasa yang ada dalam sampel. Sedangkan komposisi unsur yang dikandung material dilakukan dengan X -ray *Fluorescence* (XRF). Studi identifikasi fasa yang terbentuk dalam material dilakukan dengan difraktometer sinar-X (XRD) menggunakan radiasi CO-K bekerja pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Pengamatan koersivitas magnetik dilakukan dengan menggunakan magnetometer sampel *vibrating* (VSM) dengan medan luar 1 T.

3 HASIL DAN DISKUSI

Gambar 3-1a memperlihatkan spektrum energi X-ray serbuk awal Sm₂Co₇ yang dianalisis dengan XRF. Hasil analisis berupa komposisi material berdasarkan fraksi berat atau atom elemental-elemental penyusun material. Meskipun demikian, teknik pengukuran dengan XRF memiliki keterbatasan dalam analisis yaitu hanya berlaku untuk unsur-unsur dengan nomor atom kecil, namun untuk material sistem Sm-Co dipastikan tidak mengandung atom-atom ringan, sehingga hasil analisis XRF untuk material sistem Sm-Co adalah bersifat kuantitatif dengan tingkat kepercayaan tinggi. Dengan hasil tersebut dapatlah dipastikan bahwa paduan sistem Sm-Co yang dipakai memiliki fasa utama Sm₂Co₇ (2:17).

Namun demikian, pada fasa Sm₂Co₇ (2:17) sebagian Co telah disubstitusi oleh Fe, Cu dan Zr dengan fraksi Fe - 16,16 wt %, Cu - 5,31wt % dan Zr = 3,95 wt % dengan demikian fraksi Co - 51,91 wt %, sedangkan fraksi Sm - 22,67 wt %, komposisi material berdasarkan analisa XRF ini relatif sesuai dengan spesifikasi yang berasal dari pembuat batangan paduan [*ingot*] SmCo yaitu Sm(Co_{0.69}Fe_{0.20}Cu_{0.07}Zr_{0.04})₂,5,

sedangkan pada Gambar 3-1b diperlihatkan hasil analisis komposisi material serbuk yang dilakukan dengan EDS. Berdasarkan hasil tersebut diketahui bahwa komposisi material adalah Sm ($\text{Co}_{0,69}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,04}$)_{z=8,5} (at.%) dan merupakan komposisi umum yang sering digunakan untuk magnet dengan basis fasa $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ oleh Liu J. F. (1999), Makridis S. S. (2002), ternyata hasil yang dihasilkan oleh XRF maupun EDS adalah sama.



Gambar 3-1: Hasil a) XRF dan b) EDS total serbuk awal Sm (Co,Cu,Fe,Zr)_z

Hasil analisis EDS terhadap material magnet berbasis S1112C017 yang telah mengalami perlakuan berupa *sintering* dan homogenisasi masing-masing pada 1190°C dan 1130°C yang diikuti pendinginan cepat ke dalam air tanpa aneling dan dengan aneling serta diikuti pendinginan lambat dalam dapur ditampilkan pada Tabel 3-1 dan Tabel 3-2. Bila dilihat dari keseluruhan hasil analisis "total" terhadap ke enam sampel, dihasilkan komposisi yang hampir sama meskipun kandungan masing-masing elemen bervariasi relatif sangat kecil seperti kandungan Sm bervariasi dari

9,98 wt% (nilai terendah) dan 11,37 wt% (nilai tertinggi). Demikian juga variasi pada elemen-elemen konstituen lainnya yaitu Co, Cu, Fe, dan Zr dari satu sampel dengan sampel lainnya berbeda secara tidak berarti.

Tabel 3-1: KOMPOSISI PADUAN FASA Sm($\text{Co}_{0,69}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,04}$)_{z=8,5} DENGAN EDS UNTUK SAMPEL YANG DIANELING DENGAN PENAHANAN A) 0 JAM (TANPA ANELING), B) 6 JAM - DIKUTI PENDINGINAN DALAM AIR DAN C) 6 JAM - DIKUTI PENDINGINAN LAMBAT DALAM FURNACE

Sm	Co	Fe	Cu	Zr	fasa	ps
11,37	60,70	19,18	6,58	2,17	2:17	total
38,73	52,05	---	9,21	---	1:2	3
24,06	54,09	15,32	5,28	1,25	2:7	4
78,79	8,75	---	0,85	11,61	3:1	6
9,62	62,91	19,48	6,98	1,00	2:17	7
a						
9,98	62,00	19,31	6,70	2,01	2:17	total
9,06	62,64	19,57	5,90	2,83	2:17	1
29,41	47,00	13,03	6,31	4,21	2:7	2
56,76	40,21	---	3,03	---	5:2	3
9,60	61,55	18,25	9,00	1,60	2:17	4
8,86	58,02	16,45	15,06	1,61	1:9	5
8,93	66,40	17,96	5,61	1,10	2:17	6
11,19	49,80	14,51	4,93	19,57	2:17	7
b						
11,79	61,22	18,92	5,93	2,14	2:17	total
9,82	63,01	19,80	6,11	1,25	2:17	1
9,18	63,87	20,58	6,37	---	2:17	2
18,68	25,01	---	---	56,32	2:7	3
12,36	60,49	18,19	6,79	2,17	2:17	4
8,94	66,23	17,64	7,19	---	2:17	6
9,36	63,15	20,35	5,91	1,24	2:17	7
c						

Bila fraksi atom masing-masing atom penyusun material yaitu Sm, Co, Cu, Fe dan Zr di representasikan dalam bentuk lain, maka keenam sampel tersebut memiliki komposisi mendekati formula : a) Sm($\text{Co}_{0,68}\text{Fe}_{0,22}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,02}$)_{z=8,5}, b) Sm ($\text{Co}_{0,68}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,04}$)_{z=8,5}, d) Sm ($\text{Co}_{0,65}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,025}$)_{z=8,5}, e) Sm($\text{Co}_{0,69}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,04}$)_{z=8,5} dan f) Sm($\text{Co}_{0,68}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,07}\text{Zr}_{0,04}$)_{z=8,5}. Jadi ternyata hasil analisis EDS terhadap keenam sampel menunjukkan bahwa komposisi paduan tidak jauh berbeda atau dapat dikatakan sama yaitu sama-sama mendekati komposisi stoikiometri Sm₂Co₁₇ (at %), walaupun pada sampel, fasa stoikiometri Sm₂Co₁₇ telah mengalami substitusi atom Co secara parsial dengan atom-atom lain yaitu Fe,

Cu dan Zr. Misalnya fasa $Sm_{11}Co_{17}$ menjadi $Sm(Co_{0,68}Fe_{0,22}Cu_{0,07}Zr_{0,02})_{8,5}$ untuk sampel yang hanya menerima perlakuan tanpa anil. Komposisi material yang menyamai komposisi stoikiometri ini secara ideal pastilah menghasilkan material dengan fasa utama berbasiskan $Sm_{11}Co_{17}$ dengan fraksi 100%.

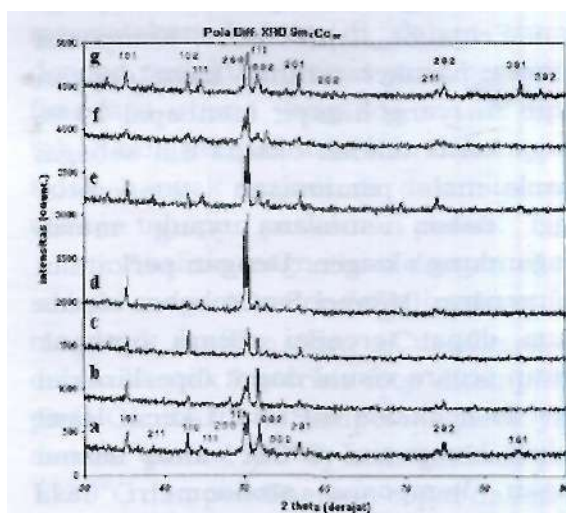
Tabel 3-2: KOMPOSIS PADUAN FASA $Sm(Co_{0,69}Fe_{0,20}Cu_{0,07}Zr_{0,04})_{8,5}$ DENGAN EDS UNTUK SAMPEL YANG DIANELING DENGAN PENAHANAN A) 14, B) 16 DAN C) 20 JAM DAN DIKUTI PENDINGINAN LAMBAT DALAM FURNACE

Sm	Co	Fe	Cu	Zr	fasa	ps
11,22	61,27	19,09	6,16	2,26	2:17	total
89,02	10,98	----	----	----	3:1	1
9,45	62,68	19,75	6,74	1,37	2:17	2
68,24	29,48	----	2,29	----	9:4	4
10,01	63,13	19,10	6,49	1,27	2:17	5
9,85	62,93	19,35	6,70	1,17	2:17	6
						a
10,34	61,53	19,14	6,86	2,13	2:17	total
13,99	26,08	----	59,93	----	1:5	1
29,41	40,30	----	19,51	10,78	1:3	2
87,42	12,58	----	----	----	3:1	3
8,93	65,32	19,33	5,31	1,11	2:17	4
8,63	65,18	18,93	5,43	1,82	2:17	5
67,83	28,62	----	3,55	----	9:4	6
11,51	63,07	19,71	4,77	0,94	2:17	7
						b
11,13	61,22	18,92	5,93	2,14	2:17	total
11,08	19,36	----	1,20	68,36	2:17	1
9,78	63,28	19,51	5,96	1,47	2:17	2
9,72	61,51	19,30	7,66	1,81	2:17	3
9,33	62,98	19,24	7,08	1,37	2:17	4
31,38	42,14	18,55	----	7,93	1:2	5
10,23	62,78	19,59	6,03	1,38	2:17	7
						c

Paling tidak hal ini benar bila dilihat dari hasil pengujian XRD untuk ke enam sampel sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 3-2. Ke enam sampel memiliki pola difraksi yang sama, dengan puncak-puncak difraksi yang teridentifikasi dengan baik sebagai fasa Sm_2Co_7 (at%) sesuai dengan ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) nomor 19-0359 dan 35-1368. Sedangkan fotomikro dari masing-masing sampel diperlihatkan pada Gambar 3-3 (a - f). Di samping secara visual fasa Sm_2Co_7 terlihat sangat jelas, hadir juga fasa-fasa

lain terutama pada batas butir, tentulah dengan fraksi yang minor (tidak terdeteksi dengan XRD). Usaha untuk mengidentifikasi jenis fasa minor tersebut telah dilakukan melalui "spot analisis" dengan EDS dan hasilnya dapat dilihat pada Tabel 3-1 dan Tabel 3-2. Jenis fasa minor yang berhasil diidentifikasi antara lain adalah Sm_9Co_4 , Sm_2Co_7 dan $SmCo$. Oleh karena fasa-fasa minor ini tidak teridentifikasi dengan pola difraksi sinar-X, maka diduga fraksinya < 4%. Fasa-fasa minor ini merupakan fasa-fasa stabil pada sistem Sm-Co.

Pengaruh elemen-elemen pensubstitusi Co seperti Fe, Cu dan Zr telah diteliti secara sistematis dan diketahui fungsi dari substitusi dengan Fe untuk meningkatkan magnetisasi total dari magnet dan Cu diketahui berfungsi untuk menginduksi terbentuknya endapan yang berperan sebagai penahan gerakan dinding domain balik seperti yang dijelaskan oleh Wohlfarth E.P. (1988) sedangkan peran Zr sebagaimana hasil penelitian Hadjipanayis G. C. (1984) berfungsi untuk pembentukan sel struktur mikro berupa sel (*cellular microstructure*).



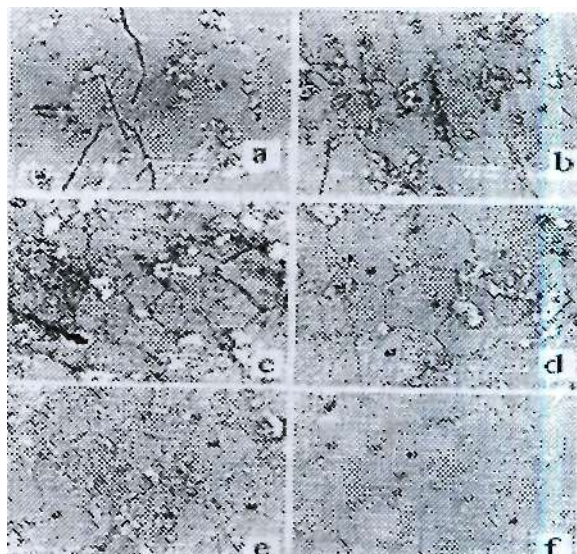
Gambar 3-2: Pola difraksi sinar-X Sm_2Co_7 a) serbuk awal, paduan yang disinter pada 1190°C dan aneling pada 850°C dengan penahanan b) nol jam, c) 6-jam diikuti pendinginan dalam air, d) 6, e) 14, f) 16 dan g) 20 jam diikuti pendinginan lambat dalam furnace

Gambar 3-3a memperlihatkan struktur-mikro sampel magnet yang menjalani perlakuan berupa tahapan sintering pada temperatur 1190°C selama 45 menit dan tahapan homogenisasi pada 1130°C selama ~ 1 jam setelah kemudian dicelupkan ke dalam air. Fotomikro tersebut dengan sangat meyakinkan menunjukkan bahwa tahapan perlakuan telah berhasil meningkatkan densitas magnet menuju sampel padat bebas pori. Namun demikian ada indikasi bahwa retakan telah terjadi dikarenakan adanya kejutan termal sebagai konsekuensi pendinginan cepat. Selain terlihat adanya cacat retak tersebut, juga dapat dilihat adanya partikel dengan ukuran 1 sampai 5 urn berada di dalam matrik. Berdasarkan hasil analisis mikro dengan EDS terhadap partikel tersebut diketahui bahwa partikel tersusun oleh unsur-unsur Sm, Co, Cu dan Zr membentuk senyawa dengan komposisi $\text{Sm}_{78,79}(\text{Co}_{11,85}\text{Zr}_{6,6})$ at.% sebagaimana diturunkan dari hasil analisis EDS. Sedangkan matrik tersusun oleh unsur-unsur Sm, Co, Fe, Cu dan Zr membentuk senyawa dengan komposisi $\text{Sm}(\text{Co}_{0,7}\text{Cu}_{0,0x}\text{Fe}_{0,1j}\text{Zr}_{0,0i})_{5,5}$ at.%. Komposisi senyawa partikel terlihat kaya dengan unsur Sm yang hampir mencapai 79 % diduga keras adalah oksida Sm sebagai konsekuensi pemanasan temperatur tinggi dalam suasana yang masih mengandung oksigen. Dengan perkataan lain preparasi sampel SmCo bebas oksida belum dapat tercapai secara optimal. Namun secara visual dapat diperkirakan fraksi fasa oksida ini relatif kecil. Hasil analisis komposisi matrik cukup sesuai dengan komposisi stoikiometri fasa $\text{Sm}_{7}\text{Co}_{17}$ yang merupakan salah satu fasa utama magnet permanen sistem Sm-Co.

Dalam kasus ini Co telah disubstitusi secara parsial oleh unsur-unsur substitusi Fe, Cu dan Zr yaitu sesuai dengan komposisi material baku yaitu $\text{Sm}(\text{Co}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Cu}_{0,7}\text{Zr}_{0,4})_{8,7}$ (at.%) sebagaimana disebutkan terdahulu. Meskipun terjadi sedikit perubahan pada komposisinya, namun hasil analisis ini memas-

tikan bahwa fasa utama telah berhasil terbentuk dan dapat dipertahankan pada temperatur kamar setelah melalui tahapan sintering dan homogenisasi. Namun demikian struktur mikro yang lazimnya dimiliki oleh magnet sinter SmCo belum terbentuk secara baik.

Fotomikro dari sampel jenis yang sama dengan perlakuan lanjut berupa pemanasan anil pada temperatur 850°C selama 6 jam dan kemudian diberi pendinginan cepat ke dalam air dan pendinginan lambat di dalam dapur, masing-masing diperlihatkan pada Gambar 3-3b dan Gambar 3-3c.



Gambar 3-3: Struktur mikro paduan $\text{Sm}(\text{Co,Cu,Fe,Zr})_z$ yang di sinter pada 1190°C, homogenisasi pada 1130°C dan pendinginan cepat dalam air a) tidak di aneling, b - f dianeling pada 850°C dengan penahanan: b) 6 jam pendinginan dalam air, c) 6, d) 14, e) 16 dan f) 20 jam dengan pendinginan lambat dalam furnace. Perbesaran 2000x

Butir-butir fasa utama pada kedua sampel telah dapat dilihat dengan jelas ditandai dengan batas butir (*grain boundary*) yang relatif tebal. Bila diperhatikan secara seksama, pada batas butir tersebut hadir material tambahan yang mengisi tempat hampir sepanjang batas butir sehingga butir fasa utama

terisolasi satu sama lain. Area daerah tersebut terlalu kecil untuk dianalisis dengan EDS sehingga tidak dapat diketahui dengan pasti komposisinya. Namun Liu (1999) telah mempelajari struktur mikro magnet $\text{Sm}(\text{Co,Cu,Fe,Zr})_z$ ($z = 6,7-9,1$) dengan mikroskop elektron transmisi, dan mengidentifikasi adanya fasa batas butir jenis $\text{Sm}(\text{Co,Cu})_s$ yang sangat berguna, butir yang sama juga telah terbentuk pada sampel magnet yang dipelajari. Foto mikro kedua sampel ini juga masih memperlihatkan fasa oksida yaitu secara visual terlihat sebagai butir-butir berwarna terang. Perbedaan struktur mikro yang tampak dari kedua sampel yang mengalami beda laju pendinginan ini adalah munculnya garis-garis pendek pada butir fasa utama dari sampel magnet yang mengalami pendinginan dalam dapur.

Garis-garis ini juga ditemukan pada sampel magnet berikutnya yang menjalani perlakuan panas yang sama yaitu pendinginan dalam dapur tetapi dengan waktu tahan yang lebih lama yaitu 14 jam, 16 jam dan 20 jam sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3-3 (d - f). Pada foto mikro Gambar 3-3 (d - f) tersebut garis-garis yang terbentuk bahkan memenuhi seluruh permukaan butir telah dihasilkan. Jadi pemanasan dengan waktu yang lebih lama telah memperbanyak tampilan garis-garis pada butir. Ketidaktjelasan akan fenomena penampakan garis-garis pada butir fasa utama tersebut telah diuraikan oleh Hadjipanayis G. C. (1984) dan peneliti terdahulu yaitu Panagiotopoulos I. (2002) yang meneliti struktur mikro dari magnet sinter $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_z$ dengan menggunakan mikroskop elektron transmisi resolusi tinggi memperlihatkan bahwa pada proses pendinginan lambat secara kontinu atau bertahap sampai mencapai temperatur 400°C mengembangkan struktur mikro magnet yang terdiri dari struktur lamelar dan *cellular*, masing-masing bagi fasa batas butir $\text{Sm}(\text{Co,Cu})_s$ dengan sistem heksagonal dan fasa utama $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe})_{17}$ dengan sistem kristal rhombohedral. Di

dalam fasa utama, berdasarkan studi tersebut masih terdapat fasa lain berupa $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe})_{17}$ dengan sistem kristal heksagonal. Sayangnya, pada penelitian ini studi menggunakan mikroskop elektron transmisi belum dapat dilakukan sehingga struktur yang terdapat di dalam butir fasa utama tidak dapat dilihat dengan jelas. Kuat dugaan bahwa garis-garis yang terlihat pada butir tersebut adalah struktur *cellular* yang terdiri dari $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe})_{17}$ dengan sistem kristal rhombohedral dan $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe})_{17}$ dengan sistem kristal heksagonal.

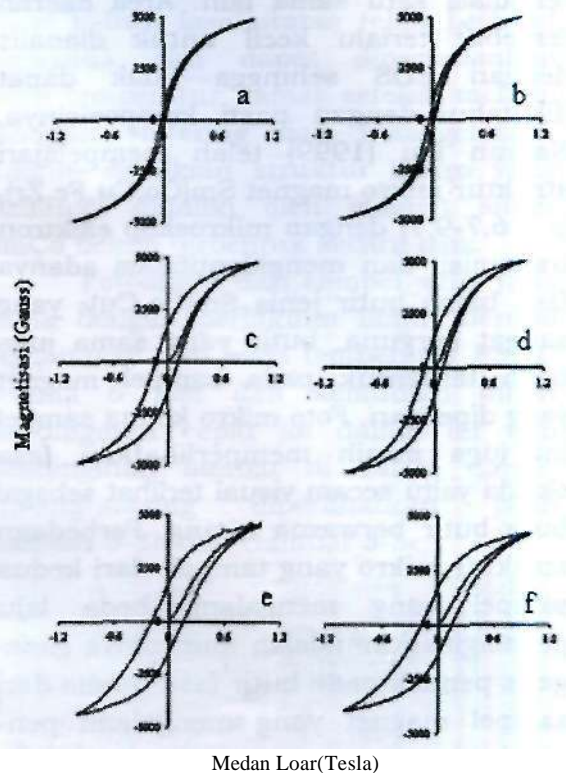
Pembentukan fasa yang terjadi dalam keenam sampel dapat dijelaskan melalui hasil identifikasi dengan difraksi sinar-X seperti ditunjukkan pada Gambar 3-2 (b-g). Pada Gambar 3-2 tersebut diperlihatkan bahwa puncak-puncak kuat (101), (110), (200), (111) dan (002) yang dihasilkan untuk masing-masing sampel tetap dipertahankan walaupun perlakuan yang diterima berbeda. Hasil ini persis sama dengan pola difraksi sinar-X yang telah dihasilkan oleh Makridis S. S. (2002), Tang W. (2002) dan Yan A. (2002) pada fasa $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_z$. Hasil ini menyatakan bahwa di dalam sampel dengan perlakuan panas yang bervariasi, fasa-fasa utama yang ada masih dipertahankan, dengan kata lain dekomposisi tidak banyak terjadi di dalam sampel selama tahapan perlakuan panas.

Analisis magnetisasi dengan vibrasi sampel magnetometer (VSM) paduan fasa magnetik $\text{Sm}(\text{Co},69\text{Fe},20\text{Cu},07\text{Zr},04\text{Zr})_{z-8,5}$ dalam bentuk histerisis *loop* ditampilkan pada Gambar 3-4. Sampel magnetik yang disinter pada 1190°C , homogenisasi pada 1130°C dan pendinginan cepat dalam air dan tanpa aneling menghasilkan histerisis *loop* yang tinggi dan kecil seperti yang ditampilkan dalam Gambar 3-4a. Hal ini terjadi karena pada terminal ini (sinter-homogenisasi-pendinginan cepat) tekstur dalam sampel yang telah terjadi menghasilkan koersivitas yang sangat rendah. Oleh karena itu bila sampel diberi tahapan aneling serta diikuti pendinginan lambat di dalam dapur maka H_c di dalam sampel

akan meningkat Wohlfarth E. P. (1988). Histerisis *loop* dari sampel yang dianeling selama 6 jam kemudian dilanjutkan dengan pendinginan cepat di dalam air ditampilkan pada Gambar 3-4b. Dari histerisis *loop* tersebut dapat dikatakan bahwa koersivitas yang dihasilkan adalah sangat rendah. Adapun penyebab rendahnya koersivitas yang dihasilkan adalah karena susunan tekstur yang diperbaiki selama proses aneling tidak dapat dipertahankan akibat pendinginan cepat di dalam air yang diterima sampel pada akhir siklus temperatur. Oleh karena itu bila diamati secara cermat, Gambar 3-4b relatif sama dengan Gambar 3-4a.

Pada sampel yang lainnya yaitu Gambar 3-4 (c-f) menampilkan bahwa di dalam keempat sampel telah dihasilkan peningkatan koersivitas yang terjadi selama proses aneling. Dengan demikian pada histerisis *loop* dari keempat sampel tersebut juga ditunjukkan bahwa remanen yang dihasilkan cukup tinggi. Keempat sampel telah menghasilkan medan koersivitas H_c , magnetisasi saturasi M_s dan magnetisasi remanen M_r , dan dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa nilai H_c tertinggi dihasilkan pada sampel waktu aneling 12 jam yaitu 1,02(kOe), sementara nilai M_s dan M_r tertinggi dihasilkan pada sampel waktu aneling 18 jam yaitu 2,22(kG) dan 7,12(kG).

Walaupun histerisis *loop* dari keenam sampel telah dapat dihasilkan seperti Gambar 3-4 (a-f) namun nilai saturasi dari masing-masing *loop* belum dapat dicapai dengan VSM yang medan luar, H_{app} , yang dikerjakan hanya 1 T. Bagaimanapun hasil penelitian ini masih jauh dari hasil yang telah dilakukan peneliti lain seperti Gutfleisch O. (2004) dan Yan A. (2005) yang meneliti pengaruh perlakuan panas terhadap koersivitas H_c pada pita-pita magnetik fasa $Sm_2(Co,Fe,Cu,Zr)_7$, ternyata bahwa dengan pendinginan lambat mempunyai koersivitas H_c yang sangat tinggi dibandingkan dengan pita-pita yang mengalami pendinginan cepat.



Gambar 3-4: Histerisis *loop* untuk paduan fasa $Sm(Co,69Cu,07Fe,2Zr,04)z-8.5$ yang di sinter pada $1190^{\circ}C$ -homogenisasi **pada $1130^{\circ}C$** dan pendinginan cepat dalam air a) tidak aneling, b) - f) di aneling pada $850^{\circ}C$ dengan penahanan b) 6 jam-diikuti pendinginan cepat dalam air, c) 14, d) 20, e) 12 dan f) 18 jam dan diikuti pendinginan lambat dalam *furnace*

4 KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dan diskusi yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pencapaian sampel padat dengan fasa magnetik utama Sm_2Co_{17} memerlukan tahapan pemanasan masing-masing tahapan sintering dan homogenisasi pada temperatur $1190^{\circ}C$ dan $1130^{\circ}C$. Pembentukan fasa magnetik utama dengan struktur mikro berbentuk sel serta fasa batas butir berkembang pada tahapan pemanasan lanjut berupa proses anil pada temperatur $850^{\circ}C$ **dan** diikuti dengan pendinginan lambat $\sim 1^{\circ}C$ /menit sampai "mencapai temperatur $400^{\circ}C$. Terbentuknya fasa magnetik utama ini ditunjukkan pada difraksi sinar-X, dan

dengan terbentuknya fasa magnetik utama tersebut maka sifat magnetik yaitu koersivitas H_c telah terbentuk didalam sampel, Dengan demikian M_B dan M_r telah dapat dihasilkan.

Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada Dr. Azwar Manaf M.Met yang telah membimbing serta memberikan kebebasan dalam memakai fasilitas alat-alat ukur yang ada di Pascasarjana Ilmu Material Universitas Indonesia sehingga penelitian ini dapat diselesaikan.

S DAFTAR RUJUKAN

Coe J. M. D., 1997. *Permanent Magnetism*, Solid State Communications, Vol. 102, No. 2-3, hal. 101-105.

Gutfleisch O., 2000. *Controlling the Properties of High Energy Density Permanent Magnetic Materials by Different Processing Routes*, Review Article, J. Phys. D: Appl. Phys. 33, hal. R157-R172.

Gutleisch O., N.M. Dempsey, A. Yan, K.H. Muller, D. Givord, 2004. *Coerdvity Analysis of Melt-spun $Sm_2(Co,Fe,-Cu,Zr)_7$* , Journal of Magnetism and Magnetic Materials 272, hal.647-649.

Hadjipanayis G. C, 1984. *Magnetic Hardening in Zr-substituted 2 : 17 Rare-earth Permanent Magnets*, Journal of Applied Physics Vol.55, hal. 2091-2093.

http://www.aacg.bham.ac.uk/magnetic_materials/origin_of_magnetism.htm

Uu J. F., Y. Zhang, D. Dimitrov, and G. C. Hadjipanayis, 1999. *Microstructure and High Temperature Magnetic Properties of $Sm[Co,Cu,Fe,Zr]_z$ ($z = 6.7-9.1$) Permanent Magnet*, Journal of Applied Physics Vol. 85, hal. 2800-2804.

Makridis S. S., G.Litsardakis, I. Panagiotopoulos, D. Niarchos and G. C. Hadjipanayis, 2002. *Effects of Boron Substitution on the Structural and Magnetic Properties of Melt-*

spun $SmfCo,Fe,2;r)7.5$ and $Sm(Co,Fe,Zr,Cu)7.s$ Magnets, Journal of Applied Physics Vol. 91, No 10, hal. 7899-7901.

Panagiotopoulos I., T. Matthias, D. Niarchos, J. Fidler, 2002, *Magnetic Properties and Microstructure of Melt-spun $Sm(Co,Fe,Cu,Zr)$ Magnets*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 247, hal. 355-362.

Siahaan Mabe dan Azwar Manaf, 2004. *Proses Preparasi Pembentukan Struktur Mikro Dengan Fasa Magnetik $SmsCotf$ Melalui Cara Sintering*, Seminar Nasional Amu dan Teknologi Material ITS.

Strnat Karl J., 1972. *The Hard-Magnetic Properties of Rare Earth - Transition Metal Alloys*, IEEE Transactions on Magnetics MAG-8, hal. 511-516.

Tang W., Y. Zhang, and G. C. Hadjipanayis, 2002. *Effect of Ni Substitution on the Microstructure and Coerdvity of $SmfCobaiFeo.iNi yZro.04$* s.5. Journal of Applied Physics, Vol. 91, hal. 7896-7898.

Wang Wenquan, Yu Yan and Hanmin Jin, 2003. *Influence ofTi Substitution on the Structure and Magnetic Properties o/ $SmsCoiz$* , Physica B 328, hal. 372 - 376.

Wohlfarth E. P. and K.H.J.Buschow, 1988. *Ferro Magnetic Materials*, Elsevier Science Publishers B.V., Vol.4, hal. 139-154.

Yan A., A. Bollero, K. H. Muller, and O. Gutleisch, 2002. *Influence of Fe, Zr, and Cu on the Microstructure and CrystaUographic Texture of Melt-spun 2:17 Sm-Co ribbons*. Journal of Applied Physics Vol. 91, No. 10, hal. 8825-8827.

Yan A., A.Handstein, T. Gemming, K.H. Muller, O.Gutfleisch, 2005. *Coerdvity Mechanism of $Sm2(Co,Cu,Fe,Zr)7j$ -Based Magnets Prepared by Melt-spinning*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 290, hal. 1206-1209.