Pengaruh Waktu *Miling* terhadap Sifat Mikro Struktur dan Magnet dari NdFeB dengan Proses *Wet* dan *Dry Milling*

Wahyu Solafide Sipahutar (1,a)*, William(2,b) dan Muljadi(3,c)

(1)Teknik Material, Institut Teknologi Sumatera, Lampung Selatan, Indonesia, 35365

(2)Materials Science and Engineering, NTUST, Taipei, Taiwan

(3) Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI)

Kompleks Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, 15314

Email: (a*) wahyu.sipahutar@mt.itera.ac.id, bwilliam.fis2011@gmail.com, cmuljadi2002@yahoo.com

Diterima (04 November 2020), Direvisi (22 Januari 2021)

Abstract. Making of magnets from NdFeB flakes by Wet and dry milling to determine the microstructure, physical and magnetic properties of the milling time variation is 16, 24, and 48 hours. The milling powder is then analysed to determine the particle size with PSA and XRD to determine the phase formed. Then the compacting process with isotropy printing for making pellet test samples with a pressure of 7 tons for 2 minutes. Then the pellet sample, given annealing temperature with a variation of 150 and 170°C, then a measurement of magnetic properties with a Gauss Meter. The results obtained by the smallest optimum particle size with 48 hours of milling time at a diameter of 90% 4.7 µm, while the results of dry milling at a diameter of 90% amounted to 60.85 µm. The best method to get the smallest particle size is the Wet milling method. XRD results with Wet and Dry milling phases that appear only Nd2Fe14B phase. As milling time increases, the resulting density increases. The largest magnetic flux testing with dry milling method with 48 hours of milling time for temperatures 170°C temperature obtained 468.5 Gauss and the addition of annealing temperature the magnetic properties of the material is getting better.

Keywords: Dry milling, Fluks Magnetic, Microstructure, NdFeB, Wet milling

Abstrak. Telah dilakukan penghalusan dan pembuatan magnet dari flakes NdFeB dengan proses Wet dan dry milling untuk mengetahui sifat mikrostruktur, fisis dan magnet terhadap variasi waktu milling yaitu 16,24, dan 48 jam. Serbuk hasil milling kemudian di analisis untuk mengetahui ukuran partikel dengan PSA dan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Kemudian proses kompaksi dengan cetak isotropi untuk pembuatan sampel uji pelet dengan tekanan 7 tonf selama 2 menit. Kemudian sampel pelet, diberikan suhu *annealing* dengan variasi 150 dan 170°C, kemudian pengukuran sifat magnet dengan Gauss Meter. Hasil yang diperoleh ukuran partikel optimum terkecil dengan waktu milling 48 jam pada diameter 90% 4,7 μm, sedangkan hasil dry milling pada diameter 90% sebesar 60,85 μm. Metode terbaik untuk mendapatkan ukuran partikel terkecil adalah dengan metode *wet milling*. Hasil XRD dengan Wet dan Dry milling fasa yang muncul hanya fasa Nd2Fe14B. Semakin naiknya waktu milling, densitas yang dihasilkan semakin besar. Pengujian fluks magnetik terbesar dengan metode *dry milling* dengan waktu milling 48 jam untuk suhu Suhu 170°C didapatkan 468,5 Gauss dan penambahan suhu annealing sifat magnetik bahan semakin baik.

Kata kunci: Dry milling, Fluks Magnetik, Mikrostruktur, NdFeB, Wet milling

PENDAHULUAN

Dewasa ini, magnet khususnya magnet permanen telah banyak dilakukan penelitian dan pengembangan dalam pemanfaatan berbagai bidang aplikasi dan menggunakan teknologi maju [1]. Magnet permanen dengan energi tertinggi seperti Nd2Fe14B atau Pr2Fe14B merupakan jenis magnet dari RE-Fe-B (RE (Rearth Eart) atau tanah jarang = Nd,Pr) [2]. Ini merupakan jenis magnet yang paling banyak dikembangkan secara luas diberbagai bidang industry [3]. Produk energi maksimum (BHmax), remanens (Br), dan koersivitas (Hc) adalah parameter yang bisa digunakan untuk mengukur kualitas dari magnet [4].

Dalam memenuhi kebutuhan dan aplikasi magnet permanen, telah ditemukan magnet dalam ukuran vang mikrometer hingga skala nano. Sehingga pemanfaatan magnet permanen dimasa depan dapat memberikan lebih lagi nilai fungsional, namun tetap memperhatikan ketersediaan magnet permanen tersebut, dikarenakan belum tersedianya penghasil magnet lokal dalam memenuhi kebutuhan produksi magnet dalam negeri. Sehingga, penelitian di bidang magnet khususnya magnet permanen dilakukan secara intensif. Untuk mengembangkan sistem produksi magnet permanen NdFeB maka dilakukan kegiatan riset dan penelitian dengan metode Wet dan dry milling, di mana dua metode milling ini diharapkan dapat menghasilkan bahan magnet dalam berukuran kecil [5]

Mechanical Milling atau penggilingan adalah teknik penghalusan mekanis dengan menggunakan penggilingan di mana suatu bahan material yang ditempatkan dalam suatu tempat penggilingan kemudian digiling dengan bola milling berenergi tinggi saling berbenturan dengan material yang berada dalam wadah penggilingan. Adapun proses milling bertujuan untuk memperoleh ukuran bahan menjadi serbuk (berukuran sangat kecil) sehingga menghasilkan campuran homogen diharapkan menghasilkan sifat magnetik yang lebih baik. Metode dry milling dalam proses penggilingan menggunakan gas *inert*, ini bertujuan untuk mencegah terjadinya oksidasi lingkungan pada magnet dimana gas *inert* merupakan gas yang tidak reaktif atau tidak mudah bereaksi. Sedangkan metode *Wet milling* pada saat proses *penggilingan* menggunakan toluene untuk mencegah terjadinya proses oksidasi (korosi) pada NdFeB [6]–[8].

METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan persiapan sampel bahan magnet Neodymium Iron Boron menggunakan bahan baku flakes NdFeB type N35H. Metode penggilingan dengan dry mechanical milling dengan atmosfer gas inert N2 untuk mencegah oksidasi. Metode Wet milling mengunakan toluen (dalam keadaan basah) untuk oksidasi. mencegah proses **Proses** penghalusan flakes NdFeB dengan metode Dry dan Wet milling ini dilakukan dengan menggunakan ball mill dengan variasi waktu milling 16, 24 dan 48 jam. Kemudian di karakterisasi mengguakan Particle Size Analyzer (PSA) untuk mengetahui ukuran diameter partikel hasil proses *milling* dengan variasi waktu *milling*, karakterisasi fasa dari serbuk hasil setiap variasi waktu milling dilakukan dengan pengujian XRD, Setelah proses *milling*. Kemudian untuk mencetak sampel pelet ,serbuk hasil milling dikompaksi dengan beban tekan 7 tonf selama 2 menit, celuna WE-518 sebanyak 3 wt ditambahkan sebagai bahan perekat. Selanjutnya perlakuan heat treatment pada sampel pelet dengan suhu mulai 150 dan 170°C selama 1 jam. Kemudian sampel pelet dilapisi dengan sirlak (insulating material). Selanjutnya di magnetisasi dengan tegangan 1500 V. Sampel pelet diukur dengan Gauss Meter untuk mengetahui besar kuat medan magnet yang dihasilkan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Data Dari Karakterisasi PSA

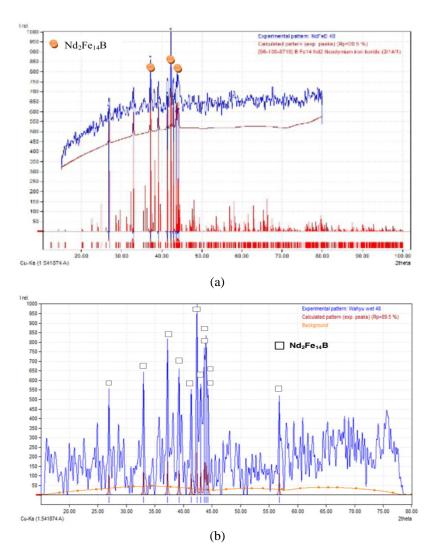
Diameter Serbuk	16 Jam		24 Jam		48 Jam	
	Wet Milling	Dry Milling	Wet Milling	Dry Milling	Wet Milling	Dry Milling
Diameter 10% (μm)	20,26	22,77	6,82	21,53	0,3	14,93
Diameter 50% (µm)	41,65	47, 18	18,48	45,35	1,49	33,36
Diameter 90% (µm)	68,67	114, 84	42,15	84,34	4,7	60,85

Tabel 1. Hasil Pengukuran PSA Serbuk NdFeB dengan metode Wet dan Dry Milling

Berdasarkan **Tabel 1**, diperoleh bahwa diameter ukuran partikel atau serbuk NdFeB semakin kecil dengan naiknya waktu milling. Ukuran partikel terkecil dihasilkan oleh serbuk NdFeB hasil Wet milling dengan waktu *milling* 48 jam yaitu, dengan diameter 10% berukuran 0,3 µm, diameter 50% 1,49 μm, dan pada diameter 90% 4,7 um, sedangkan hasil dry milling dengan waktu 48 jam pada diameter 10% berukuran 14,93, pada diameter 50% berukuran 1,49 um 33,36, dan pada diameter 90% sebesar 60.85 μm. Metode terbaik mendapatkan ukuran partikel terkecil adalah dengan metode Wet milling. Untuk ukuran partikel, dengan bertambahnya waktu penggilingan, maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin mengecil, baik dari hasil Wet atau dry milling. Ini menyatakan korelasi berbanding lurus ukuran diameter partikel semakin kecil dengan naiknya waktu penggilingan. Dengan bertambahnya Waktu penggilingan akan menyebabkan penurunan ukuran rata – rata serbuk partikel [9]. Namun, berdasarkan hasil sebelumnya, ketika waktu milling diteruskan hingga 72 jam, ukuran dari partikel kembali membesar [10]. Hal ini dikarenakan terjadi penggumpalan atau aglomerasi yeng menyebabkan ukuran diameter partikel dari serbuk semakin membesar. Maka pemilihan waktu milling yang tepat harus benar benar diperhatikan.

Analisa Struktur Kristal dan Fasa Sampel Serbuk NdFeB

Untuk mengamati fasa-fasa yang muncul pada sampel serbuk setelah proses milling analisa struktur kristal NdFeB maka diketahui dengan menggunakan XRD. Waktu milling yang digunakan adalah 48 jam. Hasil analisa XRD untuk setiap variasi waktu milling 48 jam dengan metode Wet dan dry milling adalah terdapat Gambar 1. XRD (X-Ray Diffraction) dilakukan untuk mengamati fasa yang muncul dari setiap variasi waktu milling baik hasil proses Wet dan dry milling, dengan melihat puncak (peak) tertinggi sehingga struktur kristal yang terbentuk dapat diketahui dalam sampel serbuk NdFeB. Analisa difraksi sinar-X yang digunakan merupakan teknik karakteristik kristalografi suatu material dengan mengamati puncak – puncak (*peak*) intensitas yang terlihat [11]. Perangkat lunak match! digunakan untuk mengetahui peak yang dihasilkan dari XRD. Waktu milling 48 jam dipilih untuk mengetahui hasil fasa yang terbentuk baik dengan metode Wet atau dry milling, dipilih 48 jam karena waktu milling terlama yang digunakan dalam penelitian ini. Pada Gambar 1. diatas menghasilkan pola XRD hasil sampel yang di milling dengan metode Wet dan dry milling selama 48 jam. Dari gambar pola XRD tersebut menunjukkan bahwa dengan metode Wet milling selama 48 jam terdapat 12 peak tertinggi, setelah dilakaukan Rietveld Rifinement masih hanya terdapat satu fasa



Gambar 1. a) Grafik Pola Difraksi Hasil Analisa XRD Serbuk NdFeB hasil *dry milling* selama 48 jam. b) Grafik Pola Difraksi Hasil Analisa XRD Serbuk NdFeB hasil *Wet milling* selama 48 jam.

dominan saja yaitu fasa Nd₂Fe₁₄B dengan 3 peak tertinggi memiliki 2theta (2θ) sebesar 42.43° dengan jarak antar bidang d = 2,1347 Å dan bidang hkl (4 1 0), 43,96 ° dengan jarak antar bidang d = 2,0600 Å dan bidang hkl (3 1 4), 37.21° dengan jarak antar bidang d = 2,4165 Å dan bidang hkl (2 1 4) dan tidak ada fasa pengotor atau fasa baru yang muncul, maka % Kristalisasi fasa dimilling selama 48 jam dan memiliki % Kristalisasi sebesar 100% Nd₂Fe₁₄B. Sama halnya dengan metode *dry milling* selama 48 jam, terdapat satu fasa dominan yaitu fasa Nd₂Fe₁₄B dan memiliki 3 puncak tertinggi

dengan nilai peak masing-masing puncaknya secara berurutan adalah pada 2θ $= 42,31^{\circ}$ dengan d= 2,1361 Å, pada $2\theta =$ $37,20^{\circ}$ dengan d = 2,4173 Å dan pada 2θ = 43.950 dengan d = 2.0601 Å. Fasa vang dihasilkan dengan proses dry milling NdFeB selama 48 jam adalah 100% fasa Nd₂Fe₁₄B dan tidak ditemukannya fasa impurities atau pengotor yang terdapat dalam serbuk Semakin bertambahnya waktu NdFeB. milling cenderung tidak mengubah fasa. Ini menunjukkan perubahan fasa yang relatif kecil dan cenderung tidak terlalu banyak berubah pada setiap variasi waktu milling. Fasa yang dihasilkan dari masing- masing variasi waktu *dry milling* yaitu fasa Nd₂Fe₁₄B dan fasa Nd₂Fe₁₄B cenderung mempunyai fasa struktur amorf [12].

Hasil Analisa Densitas Bulk NdFeB

Dari **Tabel 2** di atas diketahui bahwa dengan semakin lamanya waktu milling baik dengan metode Wet dan dry milling maka besar nilai densitas yang dihasilkan dari bulk semakin magnet NdFeBbesar, dikarenakan ketika ukuran dari diameter partikel vang dihasilkan semakin kecil, maka nilai bulk density semakin naik, sehingga hubungan antara ukuran partikel dan bulk density berbanding terbalik. Ini diperjelas dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya kepadatan dari bulk magnet semakin tinggi dengan semakin kecilnya ukuran serbuk. Sehingga ukuran dan bentuk serbuk perlu diuji lebih lanjut untuk mendapatkan hasil yang lebih optimal [13].

Tabel 2. Pengujian Densitas dari Bulk Magnet NdFeB dengan metode *Wet* dan *dry milling* dengan variasi Waktu *Milling*

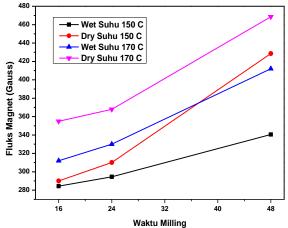
Waktu	Densitas Bulk Magnet NdFeB				
milling	(gr/cm3)				
(Jam)	Wet milling	Dry milling			
16	5,025	5,532			
24	5,045	5,537			
48	5,084	5,650			

Hasil Pengujian Sifat Magnet Sampel Pelet Magnet NdFeB

Untuk menguji sifat magnet dilakukan pengujian sifat medan magnet dengan Gaussmeter yaitu dengan menguji pada bulk magnet NdFeB hasil dari proses kompaksi atau cetakan. Selanjutnya diberikan suhu annealing dengan variasi suhu 150°C dan 170°C, kemudian di magnetisasi dengan mengunakan Magnet-Physic Dr. steingrover GmbH Impluse magnetizer K-series pada tegangan 1500°V selanjutnya menggunakan

Gaussmeter untuk mengetahui kualitas besar sifat magnet dari bulk NdFeB.

Berdasarkan Gambar 2, dinyatakan besar nilai kenaikan densitas fluks magnetik bulk magnet NdFeB secara tetap. Hal ini menyatakan, semakin lama waktu yang diberikan sehingga penggilingan menghasilkan ukuran butir yang semakin kecil maka fluks magnetik NdFeB semakin besar. ini disebabkan karena penggilingan mengahasilkan ukuran yang sangat kecil sehingga membentuk dominan lebih banyak tunggal yang menghasilkan bahan dengan sifat magnet yang semakin kuat [5]. Hasil lain yang didapatkan adalah pengujian fluks magnetik terbesar dengan metode dry milling dengan waktu milling 48 jam untuk suhu Suhu 170 °C didapatkan 468,5 Gauss dan untuk suhu Suhu 170 °C didapatkan sedangkan fluks magnetik terbesar dengan metode Wet milling dengan waktu milling 48 jam 412 Gauss. Dari Tabel 1 juga diketahui bahwa dengan kenaikan suhu annealing yang diberikan sifat magnetik bahan tersebut semakin baik. Sifat magnetik membaik disebabkan dengan pemberian suhu annealing yang dapat membentuk dan memperbaiki kembali fasa yang sudah terdeformasi hasil dari proses milling [14] menyatakan rekontruksi bahan dapat dilakukan dengan pemberian suhu annealing.



Gambar 2. Hasil pengukuran Fluks magnet bulk NdFeB *Wet* dan *Dry milling*

KESIMPULAN

Hasil Proses preparasi Mechanical Milling serbuk bahan flakes NdFeB dengan metoda Wet dan dry Milling yang telah dilakukan, dimana bahan dimilling dengan Wet milling menggunakan Toluene untuk mencegah terjadinya proses oksidasi, sehingga tidak terjadi korosi pada bahan sampel dan dry milling menggunakan gas inert N₂. Variasi waktu *milling* memberikan pengaruh yang signifikan dengan hasil diperkecil, ukuran butir yang tanpa mempengaruhi struktur kristal dan memperbesar kuat medan magnetik sampel magnet NdFeB baik menggunakan metode Wet atau dry milling, dimana semakin lama waktu *milling* yang diaplikasikan ukuran dari serbuk yang dihasilkan cendrung semakin kecil. Metode Wet milling dengan waktu *milling* 48 jam menghasilkan ukuran butir paling kecil 4,7 µm, Sedangkan dengan dry milling dengan waktu milling 48 jam menghasilkan ukuran 60,85 µm. Fasa yang dihasilkan dari pengujian XRD dengan metode Wet dan dry milling terhadap variasi waktu milling, fasa yang dihasilkan masih tetap 100% NdFeB dan tidak ada muncul fasa baru. Kuat medan magnet hasil pengukuran Gauss Meter dengan efek variasi waktu milling dengan metode Wet dry milling terhadap dan dengan bertambahnya waktu milling kuat medan magnet semakin besar. Kekuatan magnet terbesar adalah serbuk hasil dry milling dengan waktu milling 48 jam. Ketika Suhu annealing meningkat maka kuat medan magnet juga naik, hal ini disebabkan suhu annealing dapat merekontruksi struktur kristal dan bahan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti dan seluruh staf laboratorium Magnet , Bidang Fisika Bahan Baru, Pusat Penelitian Fisika LIPI Gd. 440 Kawasan Puspiptek Serpong, dan PSTBM- BATAN Gd. 42 Kawasan Puspiptek Serpong.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. Hilda Ayu, Syahrul Humaidi, "Pengaruh Komposisi Poliester Terhadap Sifat Magnet Dan Mekanik Pada Pembuatan Bonded Magnet Pr-Fe-B," USU, 2013.
- [2] C. O. D.W.Scott, M. Ma, Y. L. Liang, "Bounds, Microstructural control of NdFeB castingots for achieving 50 MGOe sintered magnets," *J. Appl. Phys.*, vol. 79, no. 8, pp. 4830–4832, 1996.
- [3] J. Fraden, *Handbook of Modern Sensors: Physics, Design, and Applications.* Springer US, 2010.
- [4] E. dan M. Yuliati, "Penghalusan Serbuk dan Efeknya Pada Fasa dan Sifat Magnetik Sistem Magnet Permanen Berbasis Nd2Fe14B," *J. Sains Mater. Indones.*, vol. 7, no. 1, pp. 21–24, 2005.
- [5] P. M. Sardjono, "Analisis Struktur Kristal dan Mikrostruktur Serbuk Nd2Fe14B Hasil Proses Mechanical Alloying," in *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY*, 2013, pp. 29–34.
- [6] T. R. S. William, "Pengaruh Waktu Dry Milling Terhadap Karakteristik Dan Sifat Magnet Permanen Nd-Fe-B.," *J. Fis. dan Apl.*, vol. 1, no. 1, 2016.
- [7] W. Solafide, "Efek Waktu Wet Milling Dan Suhu Annealing Terhadap Sifat Fisis, Mikrostruktur Dan Magnet Dari Flakes Ndfeb," 2015.
- [8] W. Sipahutar, "Efek Waktu Wet Milling dan Suhu Annealing Terhadap Sifat Fisis, Mikrostruktur dan Magnet dari Flakes NdFeB," USU, 2015.
- [9] A. Fiandimas, A. dan Manaf, "Pembuatan Magnet Permanen Barium Heksaferit Berbahan Baku Mill Scale dengan Teknik Metalurgi Serbuk," *J. Sains Mater. Indones.*, vol. 5, pp. 5–50, 2003.
- [10] T. P. Radyumikono, Nofrizal, Dwiwahyu Nugroho, "Sintesis Nano-partikel Zno Dengan Metode Mechano-chemical

- Milling," in *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan*, 2012, pp. 60–62.
- [11] E. H. Wahyuni, M.S., "Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD dan X-Ray Physics Basic Unit," *J. Neutrino*, vol. 3, pp. 34–38, 2010.
- [12] S. P. R. Mujamillah, Bambang S., Evy Y., M.Refai M., "Sifat Magnetik Bahan Komposit Berbasis Serbuk Magnet NdFeB Hasil Milling dan Polimer Termoplastik LLDPE," *J. Sains Mater*.

- Indones., vol. 3, pp. 6–9, 2002.
- [13] Suharpiyu, "Pengaruh Komposlsl Dan Beban Tekan Terhadap Rarakteristik Rigid Bonded Magnet Berbasis Logam Tanah Jarang Nd-Fe-B Dengan Bahan Pengikat Resin Poliester," 2000.
- [14] R. Akmal Johan, "Magnetik Nanokristalin Barium Heksaferit (BaO6Fe2O3) Hasil Proses High Energy Milling," *J. Sains Mater. Indones.*, pp. 120–125, 2007.

Wahyu Solafide Sipahutar: Pengaruh Waktu Milling terhadap Sifat Mikro Struktur dan Magnet dari NdFeB dengan Proses Wet dan Dry milling