

## Pengaruh Lapisan Dy & Tb pada Temperatur Rendah terhadap Koersivitas Magnet Permanen Tipe NdFeB

Eva Afrilinda, Shinta Virdhian, Dagus Resmana Djuanda, Martin Doloksaribu\*

Balai Besar Logam dan Mesin,  
Jl. Sangkuriang no. 12, Bandung, Indonesia 40135

### Abstrak

*Pelapisan permukaan magnet dengan unsur tanah jarang berat (heavy rare earth element-HREE) diikuti difusi batas butir dapat meningkatkan koersivitas tanpa mempengaruhi remanen. Pada umumnya perlakuan panas dilakukan pada temperatur tinggi agar lapisan HRE dapat terdifusi ke dalam permukaan. Namun temperatur tinggi dapat meningkatkan ukuran butir sehingga koersivitas menurun. Penelitian ini mempelajari pengaruh lapisan Dy dan Tb pada temperatur rendah. Sampel magnet permanen dilapisi DyF<sub>3</sub> dan TbF<sub>3</sub> kemudian diberikan dua variasi perlakuan panas. Pertama, sampel diberikan perlakuan panas anil temperatur 700°C selama 6 jam lalu perlakuan setelah anil pada 500°C selama 1 jam. Kedua, sampel diberikan perlakuan panas anil temperatur 700°C selama 10 jam lalu perlakuan setelah anil pada 500°C selama 2 jam. Hasil uji koersivitas menunjukkan bahwa nilai koersivitas magnet permanen dengan Tb lebih besar dibandingkan dengan Dy pada waktu tahan 6 jam dan 10 jam. Pengamatan struktur mikro dengan SEM-EDS dan EPMA menunjukkan bahwa oksida terdifusi lebih dalam pada lapisan Tb dibandingkan lapisan Dy.*

**Kata kunci:** difusi batas butir temperatur rendah; dysprosium (Dy); koersivitas; magnet NdFeB; terbium (Tb)

### Abstract

*[Title: Effect of Dy & Tb Coating at Low Temperature on Permanent Magnetic Coercivity of NdFeB] Surface coating followed by grain boundary diffusion process can escalate coercivity without affect remanence. Generally, heat treatment is carried out at high temperatures so that the HRE layer can diffuse into the surface. However, high temperatures can increase grain size so that coercivity decreases. This research studies the effect of Dy and Tb layers at the low-temperature grain boundary diffusion process. The NdFeB permanent magnets were coated with DyF<sub>3</sub> and TbF<sub>3</sub>. The first sample was annealed at 700°C for 6 hours and then was post annealed at 500°C for 1 hour. The second sample was annealed at 700°C for 10 hours, then was post annealed at 500°C for 2 hours. Permagraph observation shows that Tb coating's coercivity was higher than Dy coating at the holding time of 6 hours and 10 hours. The microstructure shows that the oxide diffuses deeper in the Tb coating layer than in the Dy coating layer.*

**Keywords:** coercivity; dysprosium (Dy); low temperature grain boundary diffusion; NdFeB permanent magnet; terbium (Tb)

### 1. Pendahuluan

Magnet Permanen berbasis Nd-Fe-B merupakan magnet permanen dengan energi produk tinggi yang banyak dikembangkan. Energi produk maksimum magnet Nd-Fe-B dapat mencapai 400 kJ/m<sup>3</sup> (50,26 MGOe) (Hono & Sepehri-Amin, 2012). Magnet

Permanen berbasis LTJ memiliki nilai (BH)<sub>max</sub> magnet mencapai 240~280 kJ/m<sup>3</sup> atau 30~35 MGOe (Idayanti dkk., 2018). Selain itu, magnet tersebut memiliki induksi magnet saturasi mencapai 1,6 T atau 16 kG dan induksi remanensi tertinggi saat ini mencapai 1,53 T atau 15,3 kG. Magnet permanen Nd-Fe-B terbuat dari paduan logam tanah jarang Neodymium atau Prosedymium, Besi, dan Boron dengan fasa magnet Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B dengan struktur kristal tetragonal.

\*) Penulis Korespondensi.  
E-mail: mrtn.ds@gmail.com

Keunggulan magnet permanen Nd-Fe-B belum dapat diaplikasikan pada motor kendaraan listrik (Choi *dkk.*, 2011). Hal ini disebabkan oleh sifat magnet permanen Nd-Fe-B yang dipengaruhi oleh temperatur tinggi (Kim *dkk.*, 2009; Wang *dkk.*, 2012). Koersivitas dan magnet remanen menurun pada temperatur di atas 150°C. Kondisi operasi motor kendaraan listrik berada di atas 150°C pada waktu lama (Soderžnik *dkk.*, 2012). Koersivitas dan temperatur currie perlu ditingkatkan agar penurunan koersivitas masih pada nilai yang dipersyaratkan pada temperatur operasi motor kendaraan listrik.

Peningkatan koersivitas tanpa mempengaruhi remanen secara signifikan dilakukan dengan difusi Dysprosium (Dy) atau Terbium (Tb) pada batas butir. Perlakuan panas anil dan setelah anil menyebabkan Dy/Tb berdifusi ke wilayah batas butir Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Kemudian Dy/Tb membentuk struktur mikro *core-shell* (Lu *dkk.*, 2019; Samardžija *dkk.*, 2012). Perubahan struktur mikro (*core-shell*) pada batas butir dan kedalaman difusi akan mempengaruhi peningkatan koersivitas

Temperatur anil yang diberikan akan mempengaruhi terhadap koersivitas. Penelitian Li et al memberikan temperatur anil pada 900°C untuk meningkatkan koersivitas (Li *dkk.*, 2020). Penelitian Pratomo *dkk.* menyatakan temperatur 850°C merupakan temperatur optimal meningkatkan koersivitas (Pratomo *dkk.*, 2019). Temperatur mempengaruhi pembentukan atau ketebalan *Nd rich phase* yang akan mempengaruhi koersivitas.

Temperatur tinggi dapat berdampak buruk terhadap koersivitas. Temperatur terlalu tinggi dapat menyebabkan butir terlalu besar sehingga menurunkan koersivitas. Selain itu pada temperatur tinggi Nd semakin mudah berikatan dengan oksigen (Yang *dkk.*, 2019).

Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh lapisan Dy dan Tb terhadap koersivitas magnet permanen berbasis logam tanah jarang (Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B) dengan metode difusi batas butir pada temperatur rendah.

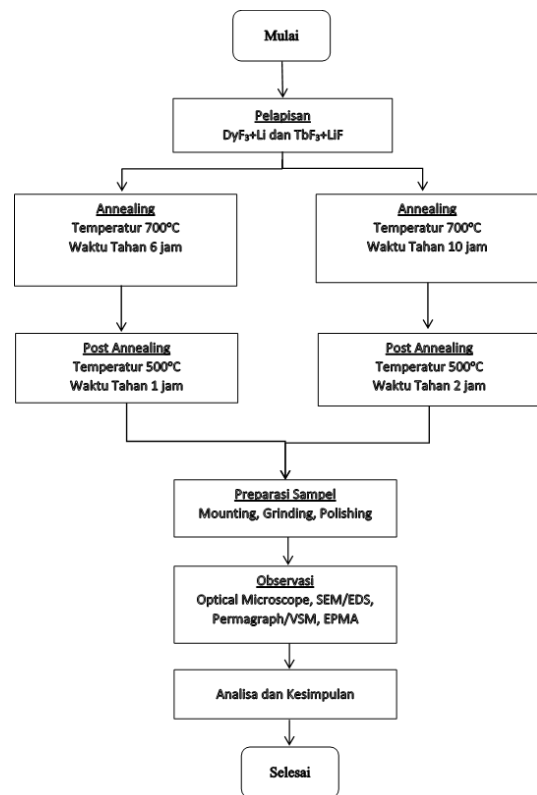
**2. Bahan dan Metode**

Magnet permanen yang digunakan adalah magnet permanen komersil tipe NdFeB. Magnet dipotong menjadi ukuran 6x6x2 mm. Bahan lapisan adalah Dy dan Tb komersil dalam senyawa DyF<sub>3</sub> (dysprosium trifluoride) dan TbF<sub>3</sub> (terbium trifluoride).

Metode penelitian dapat dilihat pada Gambar 1. Temperatur anil untuk difusi batas butir diberikan pada 700°C. Kisaran temperatur tersebut merupakan kisaran temperatur leleh batas butir kaya Nd (Hu *dkk.*, 2017). Sampel pertama diberikan temperatur anil 700°C dengan waktu tahan 6 jam. Kemudian diberikan *post annealing*

pada 500°C selama 1 jam. Sampel kedua diberikan temperatur anil 700°C dengan waktu tahan 10 jam diikuti dengan *post-annealing* 500°C selama 2 jam (Doloksaribu *dkk.*, 2019; Wong *dkk.*, 2019). Perlakuan panas dilakukan dengan tungku vakum dengan tekanan 10<sup>-2</sup> mbar dengan gas argon.

Alat tungku vakum (*vacuum furnace*) adalah merk MTI Cooperation GSL 1500 dengan kapasitas 10<sup>-2</sup> mbar. Sifat magnet diuji dengan Permagraph dan Vibrating Sampel Magnetometer (VSM). Struktur mikro diamati dengan Mikroskop Optik dan SEM-EDS HITACHI. Komposisi lokal diamati dengan Electron Probe Micro Analysis (EPMA). Data pengujian dianalisa untuk mengetahui pengaruh lapisan Dy dan Tb terhadap koersivitas magnet permanen



Gambar 1. Metodologi penelitian

**3. Hasil dan Pembahasan**

Nilai koersivitas dan remanen magnet yang telah dilapisi oleh DyF<sub>3</sub> maupun TbF<sub>3</sub> diamati dengan Permagraph (Tabel 1). Koersivitas magnet relatif kecil dibandingkan koersivitas yang mampu dicapai oleh penelitian Sri Bimo *dkk.* Difusi batas butir Dy dan Tb meningkatkan koersivitas mencapai 1710,90 kA/m dan 1909,84 kA/m (Pratomo *dkk.*, 2018). Namun Tb memberikan nilai koersivitas yang lebih besar dibandingkan lapisan Dy.

**Tabel 1.** Koersivitas dan remanen magnet dengan Dy dan Tb dengan waktu tahan 6 jam

No	Lapisan	Koersivitas (iHc) kA/m	Remanen (Mr) T
Waktu tahan 6 jam			
1	DyF <sub>3</sub> + LiF	8	0.6
2	TbF <sub>3</sub> + LiF	11	0.4

Sumber: dokumentasi penelitian

Koersivitas pada waktu tahan 10 jam ditunjukkan Tabel 2. Lapisan Tb memberikan koersivitas yang lebih besar dibandingkan lapisan Dy. Namun perbedaan nilai koersivitas antara lapisan Dy dan Tb lebih kecil dibandingkan pada waktu tahan 6 jam. Nilai remanen tidak mengalami perubahan.

Yang *dkk.* (2019) menyatakan bahwa pada magnet yang dilapisi DyF<sub>3</sub> ditemukan fasa kaya F (*F-rich phase*) selain unsur Dy. Fasa kaya F tersebut mempengaruhi koersivitas. Koersivitas dipengaruhi oleh *core shell* yang terbentuk karena keberadaan Dy atau Tb namun juga dipengaruhi oleh F.

Morfologi struktur mikro diamati dengan mikroskop optik (Gambar 2). Pengamatan dilakukan pada permukaan sampel untuk mengetahui kedalaman difusi lapisan. Kedalaman difusi dapat mempengaruhi koersivitas (Kim *dkk.*, 2019). Pada Gambar 2 kedalaman difusi ditunjukkan oleh degradasi warna dari sisi (pinggir) sampel menuju area tengah sampel.

Pada lapisan Tb (Gambar 2b) terbentuk lapisan difusi yang lebih tebal dibandingkan lapisan Dy. Lapisan tebal Tb menunjukkan bahwa Tb dapat berpenetrasi lebih dalam dibandingkan lapisan Dy. Namun penetrasi tersebut tidak optimal meningkatkan koersivitas. Nilai koersivitas tidak mampu ditingkatkan

**Tabel 2.** Koersivitas dan remanen magnet dengan Dy dan Tb pada waktu tahan 10 jam

No	Lapisan	Koersivitas (iHc) kA/m	Remanen (Mr) T
Waktu tahan 10 jam			
1	DyF <sub>3</sub> + LiF	9.3	0.6
2	TbF <sub>3</sub> + LiF	9.7	0.4

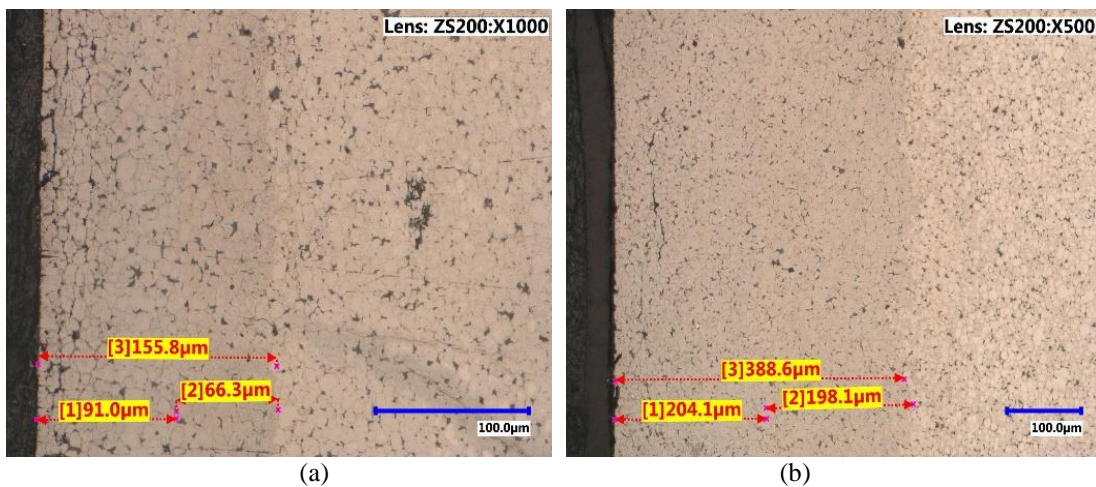
Sumber: dokumentasi penelitian

optimal karena penetrasi Tb sedikit membentuk *core shell*.

Unsur yang masuk ke dalam sampel diamati dengan SEM-EDS (Gambar 3a dan 3b). Pada struktur mikro terdapat tiga area warna yang berbeda. Area 1 merupakan *triple junction*, area 2 merupakan batas butir dan area 3 merupakan butir. Warna yang lebih gelap di sekeliling butir menunjukkan adanya difusi ke batas butir. Pada lapisan Tb terjadi difusi hampir di seluruh area butiran.

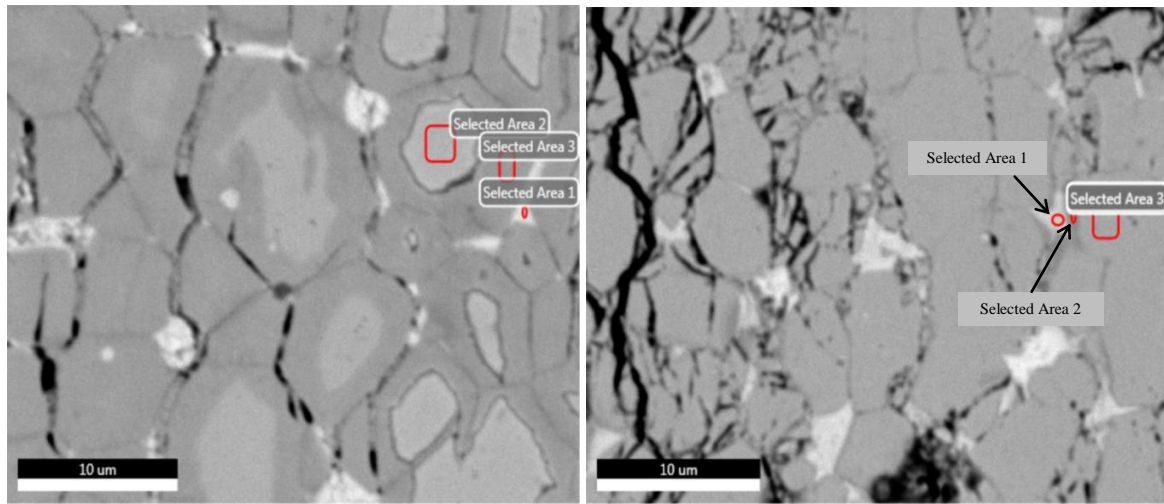
Oksida banyak ditemukan pada struktur mikro lapisan Dy maupun Tb (Yan *dkk.*, 2010; Zhou *dkk.*, 2017). Oksida yang terbentuk dapat berupa NdOF (Yang *dkk.*, 2019). Unsur Dy/Tb yang diharapkan terdifusi ke dalam permukaan tidak ditemukan (Gambar 3b). Area terdifusi diamati dengan SEM-EDS.

Hasil pengamatan SEM-EDS pada area 1 s/d 3 dapat dilihat pada Gambar 4. Pada lapisan Dy maupun Tb terdapat intensitas unsur O yang tinggi. Unsur yang terdifusi bukan Dy atau Tb namun oksida (O). Namun intensitas O pada lapisan Tb (Gambar 4d-f) lebih tinggi daripada lapisan Dy. Perbedaan intensitas O pada lapisan Dy dan Tb tidak terlalu signifikan sehingga pada penelitian ini kedua lapisan tidak dapat meningkatkan koersivitas secara optimal



Sumber: dokumentasi penelitian

**Gambar 2.** Morfologi struktur mikro pada perbesaran 1000X pada temperatur 700°C dengan waktu tahan 10 jam (a) lapisan Dy (b) lapisan Tb

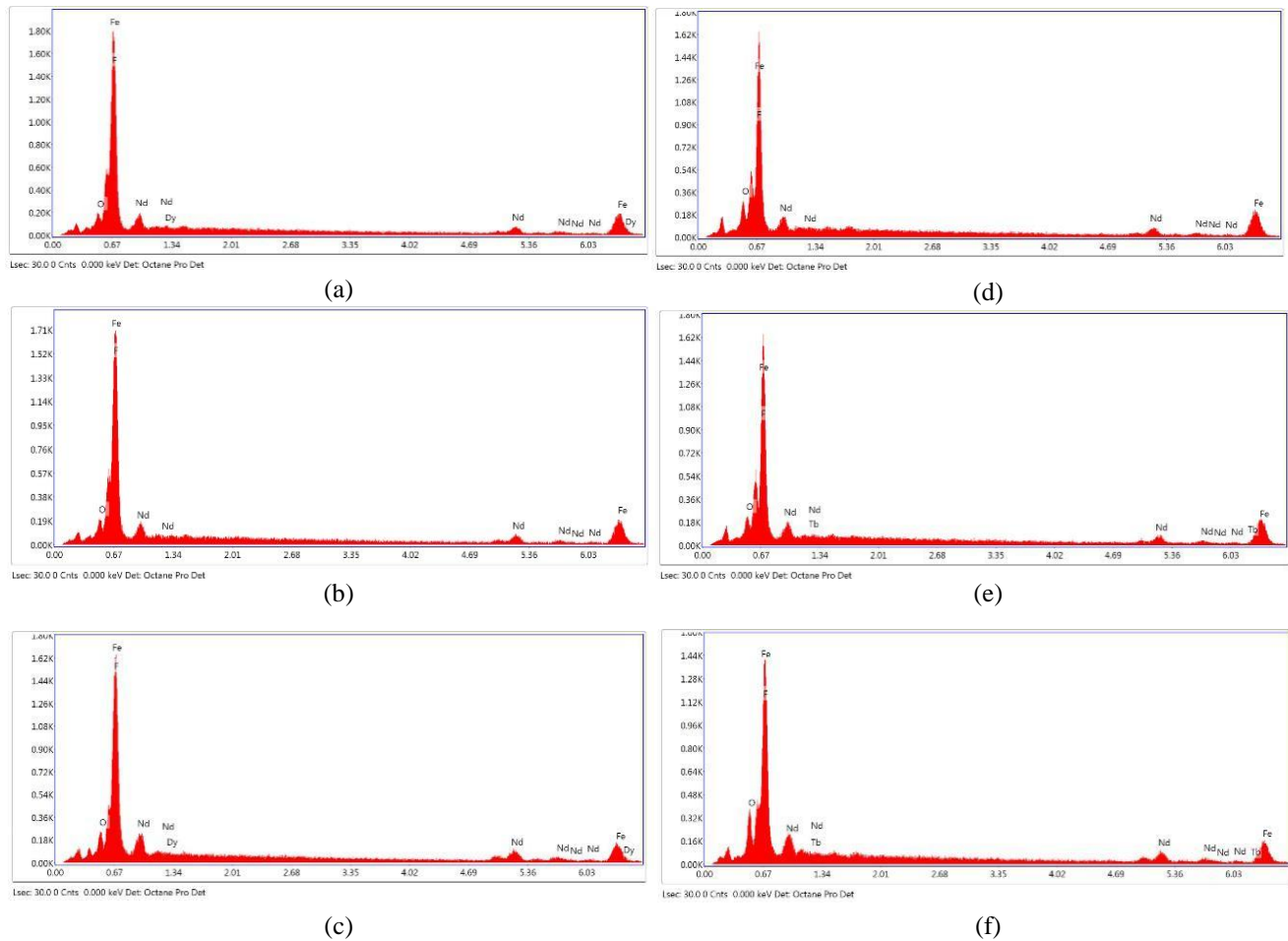


(a)

(b)

Sumber: dokumentasi penelitian

**Gambar 3.** Morfologi struktur mikro pada temperatur 700°C dengan waktu tahan 10 jam dengan SEM-EDS (a) lapisan Dy (b) lapisan Tb



(a)

(d)

(b)

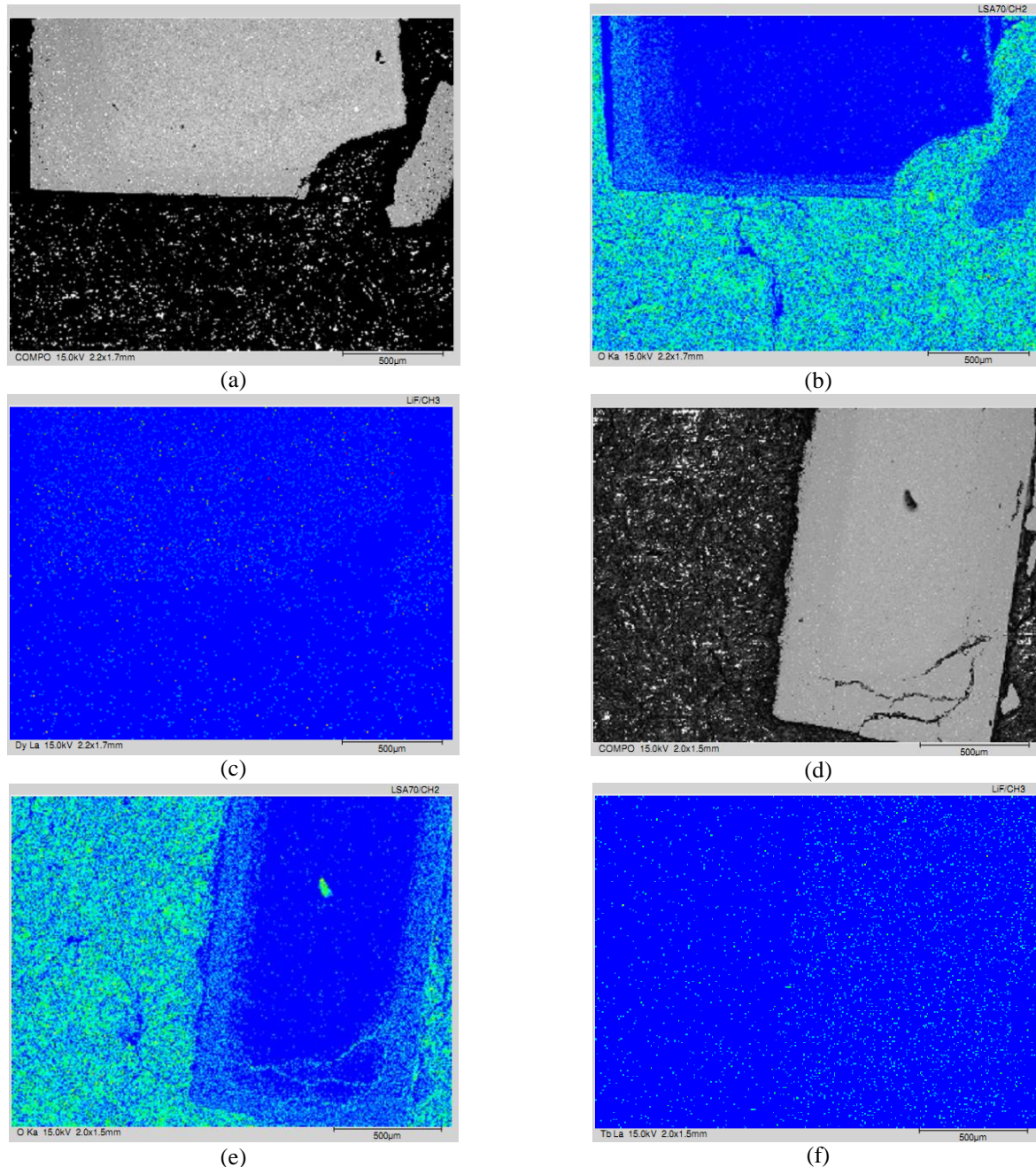
(e)

(c)

(f)

**Gambar 4.** Hasil pengamatan SEM-EDS pada temperatur 700°C dengan waktu tahan 10 jam (a) lapisan Dy area 1, (b) lapisan Dy area 2, (c) lapisan Dy area 3, (d) lapisan Tb area 1, (e) lapisan Tb area 2, (f) lapisan Tb area 3.





Sumber: dokumentasi penelitian

**Gambar 5.** Mapping persebaran unsur pada temperatur anil 700°C selama 10 jam (a) BSE lapisan Dy, (b) unsur O pada lapisan Dy, (c) unsur Dy pada lapisan Dy, (d) BSE pada lapisan Tb, (e) unsur O pada lapisan Tb, (f) unsur Tb pada lapisan Tb

Pemetaan unsur dengan EPMA menunjukkan unsur O ditemukan di bawah permukaan sampel (Gambar 5b dan 5e). Sedangkan unsur Dy maupun Tb tidak ditemukan di bawah permukaan sampel (Gambar 5c dan 5f). Pada kondisi banyak terbentuk oksida, lapisan Tb menghasilkan koersivitas lebih tinggi

dibandingkan Dy. Hal ini didukung oleh penetrasi difusi Tb yang lebih dalam. Selain itu, unsur Tb dapat meningkatkan koersivitas lebih tinggi dibandingkan Dy (Pratomo *dkk.*, 2018)

#### 4. Kesimpulan

Pada GBDP temperatur rendah lapisan Tb mampu terdifusi lebih dalam dibandingkan lapisan Dy. Pada lapisan Dy maupun Tb tidak banyak membentuk *core shell* melainkan banyak membentuk oksida sehingga koersivitas tidak meningkat optimal. Meskipun pada lapisan Dy maupun Tb banyak terbentuk oksida, lapisan Tb mampu meningkatkan koersivitas lebih tinggi disebabkan intensitas dan kedalaman difusi oksida yang lebih besar daripada Dy.

#### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Azwar Manaf (Universitas Indonesia), Dr. Wisnu Ari Adi (BATAN) dan Bapak David (PT KOMATSU) atas bantuan yang diberikan dalam pelaksanaan penelitian ini.

#### Daftar Pustaka

- Choi, M., Yu, J., Kim, D., Kim, I., & Kim, Y. (2011). Coercivity Enhancement in Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B Permanent Magnetic Powders through Rotating Diffusion Process with DyHx Powders. *Journal of Magnetism*, 16(4), 342–349. <https://doi.org/10.4283/JMAG.2011.16.4.342>
- Doloksaribu, M., Virdhian, S., Resmana Djuanda, D., & Afrilinda, E. (2019). Peningkatan Koersivitas dan Remanen pada Magnet Permanen Nd-Fe-B dengan Proses Difusi Batas Butir. *Metal Indonesia*, 41(1), 18–25. <https://doi.org/10.32423/jmi.2019.v41.16-22>
- Hono, K., & Sepehri-Amin, H. (2012). Strategy for high-coercivity Nd-Fe-B magnets. *Scripta Materialia*, 67(6), 530–535. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.06.038>
- Hu, S., Peng, K., & Chen, H. (2017). Influence of annealing temperature on the Dy diffusion process in NdFeB magnets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 426, 340–346. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.11.111>
- Idayanti, N., Manaf, A., & Dedi. (2018). Magnet Nanokomposit Sebagai Magnet Permanen Masa Depan. *Metalurgi*, 33(1), 1–18. <https://doi.org/10.14203/metalurgi.v33i1.433>
- Kim, D. H., Kim, A. S., Lim, T. H., & Jang, T. S. (2009). High Coercive Nd-Fe-B Sintered Magnets for High Temperature Application. *Journal of Magnetism*, 14(1), 27–30. <https://doi.org/10.4283/JMAG.2009.14.1.027>
- Kim, S., Ko, D.-S., Lee, H.-S., Kim, D., Roh, J. W., & Lee, W. (2019). Enhancing the coercivity of Nd-Fe-B sintered magnets by consecutive heat treatment-induced formation of Tb-diffused microstructures. *Journal of Alloys and Compounds*, 780, 574–580. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.412>
- Li, W., Yang, L., Zhang, Q., Xu, C., Zhu, Q., Song, Z., Zheng, B., Hu, F., & Jiang, J. (2020). Effect of the grain boundary Tb/Dy diffused microstructure on the magnetic properties of sintered Nd-Fe-B magnets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 502, 166491. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166491>
- Lu, K., Bao, X., Chen, G., Mu, X., Zhang, X., Lv, X., Ding, Y., & Gao, X. (2019). Coercivity enhancement of Nd-Fe-B sintered magnet by grain boundary diffusion process using Pr-Tb-Cu-Al alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 477, 237–243. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.01.062>
- Pratomo, S. B., Oktadinata, H., & Pawawoi. (2018). Effect of DyF<sub>3</sub> and TbF<sub>3</sub> additions on the coercivity enhancement in grain boundary diffusion processed Nd-Fe-B permanent magnets. *AIP Conference Proceedings*, 1964(020019), 1–8. <https://doi.org/10.1063/1.5038301>
- Pratomo, S. B., Resmana Djuanda, D., Rizki Nurqiat, P., & Fauzi, M. N. (2019). Peningkatan Koersivitas Magnet Permanen Tipe Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B dengan Metoda Perlakuan Panas. *Jurnal Teknologi Bahan Dan Barang Teknik*, 9(1), 1–6. <https://doi.org/10.37209/jtbbt.v9i1.111>
- Samardžija, Z., McGuinness, P., Soderžnik, M., Kobe, S., & Sagawa, M. (2012). Microstructural and compositional characterization of terbium-doped Nd-Fe-B sintered magnets. *Materials Characterization*, 67, 27–33. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.02.017>
- Soderžnik, M., Rožman, K. Ž., Kobe, S., & McGuinness, P. (2012). The grain-boundary diffusion process in Nd-Fe-B sintered magnets based on the electrophoretic deposition of DyF<sub>3</sub>. *Intermetallics*, 23, 158–162. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2011.11.014>
- Wang, Y., You, C., Wang, J., Tian, N., Lu, Z., & Ge, L. (2012). Coercivity enhancement of Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe nanocomposite magnets through neodymium diffusion under annealing. *Journal of Rare Earths*, 30(8), 757–760. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(12\)60125-2](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(12)60125-2)
- Wong, Y. J., Chang, H. W., Lee, Y. I., Chang, W. C., Chiu, C. H., & Mo, C. C. (2019). Comparison on the coercivity enhancement of sintered NdFeB magnets by grain boundary diffusion with low-melting (Tb, R)<sub>75</sub>Cu<sub>25</sub> alloys (R= None, Y, La, and Ce). *AIP Advances*, 9(12), 6–10. <https://doi.org/10.1063/1.5129897>
- Yan, G., McGuinness, P. J., Farr, J. P. G., & Harris, I. R.

- (2010). Optimisation of the processing of Nd-Fe-B with dysprosium addition. *Journal of Alloys and Compounds*, 491(1–2), 20–24. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.10.202>
- Yang, X., Guo, S., Ding, G., Cao, X., Zeng, J., Song, J., & Yan, A. (2019). Improvement of DyF<sub>3</sub> diffusion efficiency in sintered Nd-Fe-B magnets by stack diffusion technology. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 475, 754–758. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.12.047>
- Zhou, L., Li, J., Cheng, X., Liu, T., Yu, X., & Li, B. (2017). Dy gradient and coercivity in grain boundary diffusion processed Nd-Fe-B magnet. *Journal of Rare Earths*, 35(6), 559–566. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(17\)60948-7](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(17)60948-7)