

ОБЩАЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 53.082.74

ИЗМЕРЕНИЕ КРИВЫХ НАМАГНИЧИВАНИЯ МАГНИТНЫХ
ЖИДКОСТЕЙ: СРАВНЕНИЕ МЕТОДА ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ
ПРОГОНКИ И ВИБРАЦИОННОГО МАГНИТОМЕТРА

© 2024 г. А. В. Лебедев^а *

^аИнститут механики сплошных сред
Уральского отделения Российской академии наук
Россия, 614018, Пермь, ул. Королева, 1

*e-mail: lav@icmm.ru

Поступила в редакцию 15.03.2024 г.

После доработки 04.06.2024 г.

Принята к публикации 06.06.2024 г.

Предложена конструкция установки для измерения кривых намагничивания методом дифференциальной прогонки. На установке, описанной в данной работе, исследовались как классические магнитные жидкости, так и образцы, полученные их отверждением. Результаты сравниваются с данными, полученными с помощью вибрационного магнитометра: намагниченность магнитной жидкости вибрационным магнитометром имеет существенно заниженные величины по сравнению с дифференциальным методом, однако при измерениях намагниченности отвержденного образца магнитной жидкости наблюдается полное совпадение результатов. Обнаруженное расхождение объяснено образованием в магнитной жидкости агрегатов из частиц под действием магнитного поля. Выполненные оценки относительного запаздывания движения агрегатов согласуются с наблюдаемым расхождением в величине намагниченности.

~~Ключевые слова: магнитная жидкость, вибрационный магнитометр, дифференциальная прогонка~~

1. ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день метод вибрирующего образца является, наверное, самым распространенным способом измерения намагниченности. Поэтому вибрационный магнитометр стал практически стандартным прибором для любой лаборатории, так или иначе связанной с магнитными измерениями. Очевидные простота и удобство использования стандартного серийного оборудования вызывают соблазн применять его в любом подходящем случае, что

может служить причиной серьезных методических ошибок. В частности, к таким ошибкам приводит измерение с помощью вибрационного магнитометра кривых намагничивания магнитных жидкостей [1]. В научной литературе можно найти десятки работ по магнитным жидкостям, в которых используется вибрационный магнитометр. Правда, иногда в литературе встречаются сомнения в адекватности таких результатов [2]. Так, в приведенном примере речь идет о несущественных деталях, наподобие неполного заполнения измерительного контейнера.

В данной работе проводится сравнение результатов измерения кривых намагничивания магнитных жидкостей на вибрационном магнитометре и методом дифференциальной прогонки. Использовались как классические магнитные жидкости [3], так и образцы, приготовленные из них путем отверждения. Оказалось, что результаты измерения кривых намагничивания магнитных жидкостей на вибрационном магнитометре существенно ниже значений, полученных методом дифференциальной прогонки.

2. ВИБРАЦИОННЫЙ МАГНИТОМЕТР

К сожалению, в нашем распоряжении не было готового серийного вибрационного магнитометра заводского изготовления, например магнитометра LakeShore 8600 Series VSM. По этой причине был изготовлен магнитометр собственной конструкции. Этот процесс не представляет собой большой проблемы, если в распоряжении имеется готовый электромагнит [4]. Была выбрана общепринятая схема Фонера [5, 6]. Образец имел форму цилиндра диаметром и высотой 5 мм. Частота вибраций составляла обычно 36 Гц или 72 Гц. Калибровка чувствительности магнитометра проводилась по сигналу, индуцируемому постоянным неодимовым магнитом диаметром и высотой 4 мм. Проверка всей системы в целом осуществлялась путем измерения намагниченности никелевой пластины диаметром 7 мм и толщиной 0.5 мм. Расхождение со справочным значением намагниченности насыщения составило 0.2%.

3. МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ ПРОГОНКИ

В методе дифференциальной прогонки основным экспериментально измеряемым параметром является дифференциальная восприимчивость образца магнитной жидкости в зависимости от напряженности внешнего постоянного поля. Полная кривая намагничивания получается путем численного интегрирования зависимости $\chi(H)$. Данная методика в основном пригодна для исследования безгистерезисных кривых намагничивания, какими и являются

кривые намагничивания магнитных жидкостей. По сравнению с вибрационным магнетометром метод дифференциальной прогонки имеет одно неоспоримое преимущество: он позволяет с высокой точностью построить асимптотику намагниченности в сильных полях, без надежного знания которой невозможно выполнить гранулометрический анализ магнитных жидкостей [7].

Схема измерения дифференциальной восприимчивости магнитной жидкости в подмагничивающем поле во многом аналогична схеме измерения начальной восприимчивости в переменном поле [8]. Здесь также образец жидкости в цилиндрической ампуле помещается внутрь измерительной катушки, последовательно с которой включается дополнительная катушка для компенсации сигнала в случае отсутствия образца жидкости. Она же используется для контроля амплитуды переменного зондирующего поля. Магнитное поле состоит из двух компонент: постоянной и слабой переменной. Для создания магнитного поля используется соленоид с жидкостным охлаждением, позволяющим корректно учитывать размагничивающий фактор образца.

Измерительная и компенсационная катушки наматывались поверх тонкостенных латунных трубок диаметром $D = 5$ мм и длиной $L = 98$ мм. Намотка производилась в 4 слоя по 1750 витков в каждой катушке. Намагничивающий соленоид длиной 300 мм имел 16 слоев провода диаметром 1 мм с прокладками через 2 слоя. Неоднородность поля в середине соленоида не превышала 1% на длине измерительных пробирок. Для отведения выделяющегося тепла сквозь обмотку соленоида прокачивалось трансформаторное масло. Максимальная отводимая мощность составляла 6 кВт. Для создания зондирующего переменного поля поверх корпуса соленоида была намотана дополнительная обмотка, питаемая от мощного усилителя постоянного тока. Частота зондирующего поля выбиралась в пределах 0,2–10 Гц в зависимости от свойств образца. Амплитуда поля менялась от 200 А/м в слабых подмагничивающих полях до 3 кА/м в сильных.

На рис. 1 представлен схематический разрез средней части соленоида с измерительной ячейкой. На рис. 2 представлен общий вид установки для измерения кривых намагничивания методом дифференциальной прогонки.

Рис. 1. Схематический разрез центральной части соленоида: 1 – трубка с магнитной жидкостью и измерительной катушкой; 2 – трубка с компенсационной катушкой; 3 – обмотка для создания постоянного поля; 4 – обмотка для зондирующего переменного поля; 5 – трансформаторное масло; 6 – внутренний цилиндр; 7 – внешний цилиндр.

Рис. 2. Общий вид установки для измерения кривых намагничивания методом дифференциальной прогонки: 1 – соленоид; 2 – теплообменник; 3 – насос; 4 – мощный усилитель постоянного тока; 5 – генератор; 6, 7 – источники питания; 8 – ключ; 9 – токовый шунт; 10 – 24-разрядный аналого-цифровой преобразователь.

Сигналы с измерительной и компенсационной катушек регистрировались с помощью 24-разрядного аналого-цифрового преобразователя. Величина дифференциальной восприимчивости определялась из отношения разностного сигнала катушек (ΔU) к компенсационному сигналу (U_{com}): $\chi = \sigma \Delta U / U_{\text{com}}$, где σ – отношение средней площади витка компенсационной катушки к площади сечения образца. Калибровка площади компенсационной катушки проводилась путем регистрации ее сигнала при питании соленоида известным переменным током. Систематическая погрешность измерения дифференциальной восприимчивости не выше 1%. Случайная погрешность менее 0.2%.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМАГНИЧИВАЮЩЕГО ФАКТОРА ОБРАЗЦА

Основной проблемой в магнитных измерениях является нахождение размагничивающего фактора образца k , который, согласно определению, связывает между собой поле, действующее внутри образца, с внешним магнитным полем и намагниченностью образца:

$$H = H_0 - k \cdot M(H). \quad (1)$$

При измерениях восприимчивости на описываемой установке возникает один довольно любопытный парадокс, связанный с влиянием размагничивающих полей образца. Поскольку измерительная и компенсационная катушки расположены вплотную к друг другу, сигнал, индуцируемый в компенсационной катушке, определяется не только внешним полем, но и полями размагничивания образца жидкости, т.е. при регистрации сигнала, индуцируемого в компенсационной катушке зондирующим полем, фактически измеряется зондирующее поле, действующее внутри образца. Это прямо следует из граничного условия непрерывности касательной компоненты напряженности магнитного поля. Таким образом, из отношения напряжений $\Delta U / U_{\text{com}}$ находится истинная восприимчивость образца магнитной жидкости (без влияния размагничивающего фактора).

Аналитические выражения для размагничивающего фактора известны либо для эллипсоида, либо для цилиндра в пределах бесконечно малой или бесконечно большой восприимчивости [9]. Поскольку в нашем случае восприимчивость принимает промежуточные значения, для нахождения размагничивающего фактора были выполнены отдельные опыты на образце жидкости с рекордно высоким значением восприимчивости. Восприимчивость образца изменялась включением слабого подмагничивающего поля. При этом величина сигнала, индуцируемого в компенсационной катушке, менялась в зависимости от величины восприимчивости образца. Эксперимент проводился при постоянной величине зондирующего поля. Тогда относительное изменение амплитуды компенсационного сигнала можно связать с произведением размагничивающего фактора и восприимчивости образца жидкости. Если продифференцировать выражение (1) по величине внутреннего поля H , то можно увидеть, что величина компенсационного сигнала убывает с ростом восприимчивости образца и его размагничивающего фактора:

$$1 = \frac{dH_0}{dH} - \kappa \frac{dM(H)}{dH} \Rightarrow \frac{dH_0}{dH} - 1 = \kappa \chi(H).$$

При дифференцировании размагничивающий фактор полагается постоянным, поскольку он зависит от восприимчивости образца и его дифференцирование дает вторую производную от намагниченности, т.е. в этом случае возникает превышение точности.

Полученные результаты представлены на рис. 3. Из него видно, что убывание компенсационного сигнала с ростом восприимчивости магнитной жидкости хорошо аппроксимируется параболической зависимостью. В этом случае размагничивающий фактор является линейной функцией восприимчивости образца:

$$\kappa(\chi) = 4.1 \cdot 10^{-5} \chi + 8.3 \cdot 10^{-4}.$$

Рис. 3. Относительное изменение сигнала компенсационной катушки, пропорционального амплитуде зондирующего поля внутри образца, в зависимости от восприимчивости образца магнитной жидкости.

При $\chi \rightarrow 0$ полученное выражение согласуется с размагничивающим фактором для слабомагнитного цилиндра $\kappa = D^2 / (2L^2) \approx 10^{-3}$.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Восстановление исходной кривой намагничивания по зависимости $\chi(H_0)$ имеет некоторые особенности. Сначала необходимо сказать о выборе точек измерений. В слабых полях шаг по напряженности подмагничивающего поля следует выбирать из условия уменьшения восприимчивости примерно в 1.5 раза. В сильных полях шаг обычно составляет около 10%. Амплитуда зондирующего поля меняется ступенчато с 200 А/м в слабых полях до 3 кА/м в сильных полях, когда амплитуда разностного сигнала становится меньше 20 разрешаемых значений аналого-цифрового преобразователя.

Следующий этап обработки – учет несимметрии измерительных катушек. Для нахождения этой величины строится зависимость разностного сигнала от обратного квадрата напряженности поля. Для магнитных жидкостей [3] это должна быть прямая линия, проходящая через начало координат. Полученная величина невязки вычитается из измеренных значений χ .

Затем необходимо внести поправки на размагничивание образца. Парадокс состоит в том, что благодаря удачно выбранной конструкции измеряется истинная восприимчивость. Но намагничивание во внешнем постоянном поле происходит, естественно, под влиянием также и полей размагничивания. Поэтому перед интегрированием кривой $\chi(H_0)$ измеренные значения χ необходимо “размагнитить”:

$$\chi_D(H_0) = \frac{\chi(H_0)}{1 + k\chi(H_0)}.$$

Сама процедура интегрирования кривой $\chi_D(H_0)$ не представляет особых трудностей и может быть выполнена с помощью любого стандартного пакета программного обеспечения.

Последняя поправка заключается в том, что учет размагничивания образца во внешнем постоянном поле теперь может быть выполнен стандартным образом при помощи модификации напряженности магнитного поля согласно выражению (1).

6. СРАВНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ КРИВЫХ НАМАГНИЧИВАНИЯ

Было выполнено сравнение кривых намагничивания, измеренных обоими методами, для двух образцов магнитной жидкости на основе магнетита. В первом случае исследовался твердый образец на основе эпоксидной смолы. Подобные образцы изучались в работе [10]. Второй образец представлял собой классическую магнитную жидкость на основе вакуумного масла [11]. Образцы имели практически идентичный дисперсный состав. Средние магнитные моменты частиц отличались на 1%. Основное их различие состояло только в концентрации частиц. Для

сопоставления результатов измерений экспериментальные значения намагниченности жидкого образца корректировались из условия совпадения намагниченности насыщения с твердым образцом. Полученные зависимости намагниченности твердого и жидкого образцов, измеренные двумя методами, представлены на рис. 4.

Рис. 4. Сравнение кривых намагничивания образца магнитной жидкости и отвержденного образца, измеренных разными методами. Метод дифференциальной прогонки: точки – отвержденный образец; кресты – магнитная жидкость. Метод вибрирующего образца: круги – отвержденный образец; квадраты – магнитная жидкость; треугольники – замена несущей жидкости на керосин.

Приведенные на рис. 4 результаты измерений намагниченности твердого образца обоими методами хорошо совпадают как между собой, так и с результатами, полученными для жидкого образца методом дифференциальной прогонки. Все экспериментальные точки практически ложатся на одну кривую. Кривая намагничивания жидкого образца, полученная на вибрационном магнитометре (сплошная линия), лежит существенно ниже кривой, измеренной методом дифференциальной прогонки. Наблюдаемое расхождение значительно больше ожидаемой погрешности измерений. При замене несущей жидкости на менее вязкую (керосин) расхождение между кривыми намагничивания возрастает. На рисунке этому соответствует штриховая линия.

Нестыковка кривых намагничивания могла бы быть объяснена запаздыванием колебаний частиц от колебаний контейнера с базовой жидкостью. Однако оценки скорости дрейфа отдельных частиц относительно жидкости дают величину, которая на 7–8 порядков меньше амплитуды скорости колеблющегося вибратора. Очевидно, что расхождение должно быть связано с запаздыванием движения гораздо более крупных магнитных включений в колеблющейся жидкости, а именно с запаздыванием движения агрегатов из магнитных частиц, образующихся под действием магнитного поля. Образование агрегатов в магнитной жидкости под действием магнитного поля можно наблюдать в обычный оптический микроскоп. Они имеют форму сильно вытянутых эллипсоидов с поперечным размером порядка нескольких микрон. На рис. 5 в качестве примера приведена фотография капельных агрегатов, образовавшихся под действием магнитного поля величиной 20 кА/м.

Рис. 5. Фотография капельных агрегатов, вытянутых в постоянном магнитном поле. Напряженность магнитного поля равна 20 кА/м.

Оценки запаздывания агрегатов от движения жидкости можно выполнить следующим образом. Форму агрегата аппроксимируем цилиндром с диаметром d и длиной l . Тогда сила сопротивления его движению в жидкости поперек оси определяется следующим образом:

$$F_H = C_F \frac{\rho v^2}{2} dl,$$

где C_F – коэффициент формы (для цилиндра, ориентированного поперек потока, его обычно полагают равным 1.2), ρ – плотность жидкости, v – скорость движения цилиндра. F_H противодействует силе Архимеда, действующей на тело, плавающее в вибрирующей жидкости:

$$F_A = (\rho_a - \rho) \frac{\pi d^2}{4} l a \omega^2,$$

где ρ_a – плотность агрегата, a – амплитуда вибраций, ω – циклическая частота. Приравнивая эти силы, получаем оценку для скорости дрейфа агрегата относительно жидкости:

$$v = \sqrt{\frac{(\rho_a - \rho) \pi d a \omega^2}{\rho \cdot 2 C_F}},$$

Подставляя значения реальных параметров $\rho_a = 2500$ кг/м³, $\rho = 800$ кг/м³, $d = 10$ мкм, $a = 0.5$ мм, вычисляем амплитуду скорости относительного дрейфа агрегата $v \sim 0.05$ м/с. Амплитуда скорости вибраций контейнера с жидкостью при этом составляет $v_c = a\omega = 0.23$ м/с. Таким образом, скорость движения агрегатов относительно измерительных катушек магнитометра меньше скорости колебаний контейнера на один–два десятка процентов. Подобное расхождение наблюдается между кривыми намагничивания.

7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Сконструирована установка для измерения кривых намагничивания методом дифференциальной прогонки, пригодным для измерения безгистерезисных кривых намагничивания как твердых, так и жидких образцов. Основными преимуществами описанного метода перед вибрационным магнитометром являются отсутствие механических возмущений и надежное построение асимптотики намагниченности в сильных полях.

Выполнена серия измерений кривых намагничивания как классических магнитных жидкостей, так и образцов, полученных в результате их отверждения. Оказалось, что при измерении параметров жидкого образца методом вибрационного магнитометра значения

намагниченности занижены по сравнению с методом дифференциальной прогонки. На твердых образцах наблюдается хорошая согласованность результатов.

Занижение результатов измерений намагниченности жидких образцов на вибрационном магнитометре весьма значительно. Поэтому полученные результаты можно рассматривать только как ориентировочные. Гранулометрический анализ кривых намагничивания в этом случае не имеет смысла.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Данная работа финансировалась за счет средств бюджета Института механики сплошных сред УрО РАН в рамках госбюджетной темы № АААА-А20-120020690030-5.

Никаких дополнительных грантов на проведение или руководство данным конкретным исследованием получено не было.

СОБЛЮДЕНИЕ ЭТИЧЕСКИХ СТАНДАРТОВ

В данной работе отсутствуют исследования человека или животных.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Автор данной работы заявляет, что у него нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Розенцвейг Р.* Феррогидродинамика / Пер. с англ. под ред. Гогосова В.В. Москва: Мир, 1989.
2. *Boekelheide Z., Dennis C. L.* // AIP Advances. 2016. V. 6. P. 085201.
<https://doi.org/10.1063/1.4960457>
3. *Шлюomis М. И.* // УФН. 1974. Т. 112. №. 3. С. 427.
4. *Phillips J., Yazdani S., Wyatt H., Cheng R.* // Magnetochemistry. 2022. V. 8. Iss. 8. P. 84.
<https://doi.org/10.3390/magnetochemistry8080084>
5. *Foner S.* // Review of Scientific Instruments. 1956. V. 27. № 7. P. 548.
6. *Foner S.* // Review of Scientific Instruments. 1959. V. 30. №. 7. P. 548.
7. *Pshenichnikov A. F., Mekhonoshin V. V., Lebedev A. V.* // Journal on Magnetism and Magnetic Materials. 1996. V.161. P. 94.
8. *Пшеничников А. Ф.* // ПТЭ. 2007. № 4. С. 88.

9. *Чечерников В.И.* Магнитные измерения. Москва: Издательство Московского университета, 1969.
10. *Пшеничников А.Ф., Мехоношин В.В.* // Физика твердого тела. 1998. Т. 40. № 6. С. 1062.
11. *Пшеничников А.Ф., Лебедев А.В., Радионов А.В., Ефремов Д.В.* // Коллоидный журнал. 2015. Т. 77. № 2. С. 207. <https://doi.org/10.7868/S0023291215020159>

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

- Рис. 1.** Схематический разрез центральной части соленоида: 1 – трубка с магнитной жидкостью и измерительной катушкой; 2 – трубка с компенсационной катушкой; 3 – обмотка для создания постоянного поля; 4 – обмотка для зондирующего переменного поля; 5 – трансформаторное масло; 6 – внутренний цилиндр; 7 – внешний цилиндр.
- Рис. 2.** Общий вид установки для измерения кривых намагничивания методом дифференциальной прогонки: 1 – соленоид, 2 – теплообменник; 3 – насос; 4 – мощный усилитель постоянного тока; 5 – генератор; 6, 7 – источники питания; 8 – ключ; 9 – токовый шунт; 10 – 24-разрядный аналого-цифровой преобразователь.
- Рис. 3.** Относительное изменение сигнала компенсационной катушки, пропорционального амплитуде зондирующего поля внутри образца, в зависимости от восприимчивости образца магнитной жидкости.
- Рис. 4.** Сравнение кривых намагничивания образца магнитной жидкости и отвержденного образца, измеренных разными методами. Метод дифференциальной прогонки: точки – отверженный образец; кресты – магнитная жидкость. Метод вибрирующего образца: круги – отверженный образец; квадраты – магнитная жидкость; треугольники – замена несущей жидкости на керосин.
- Рис. 5.** Фотография капельных агрегатов, вытянутых в постоянном магнитном поле. Напряженность магнитного поля равна 20 кА/м.

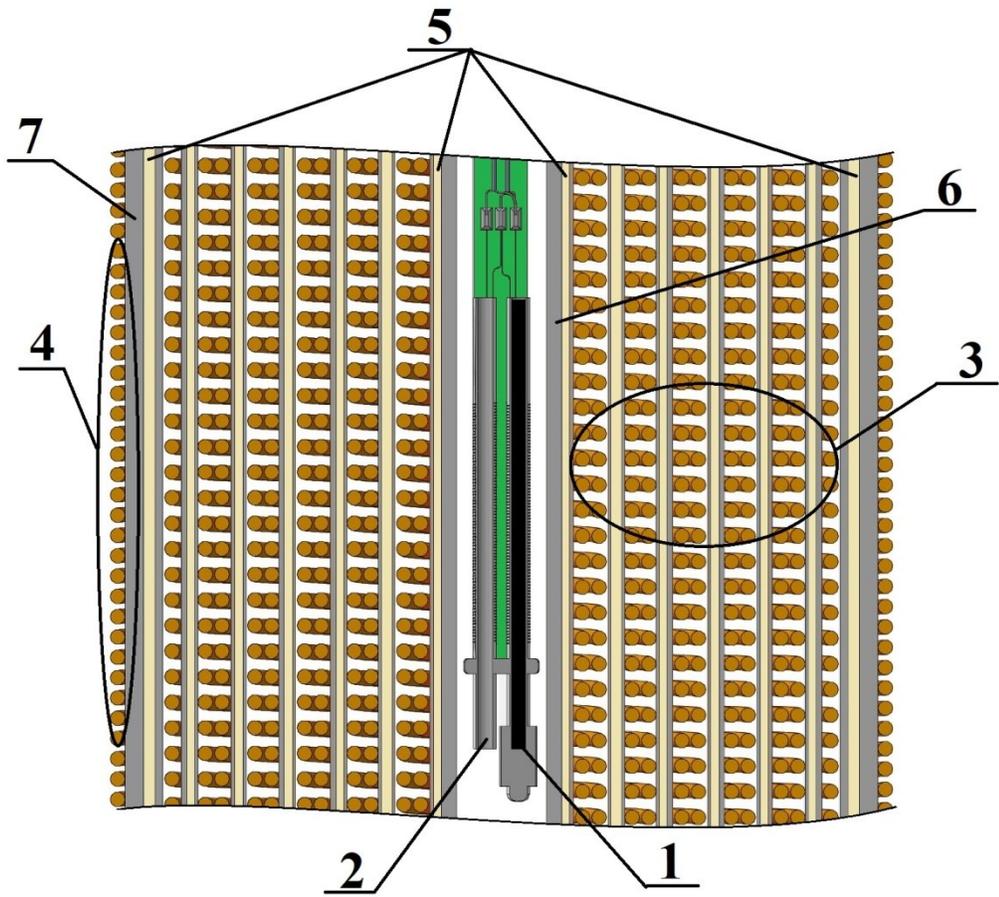


Рис. 1.

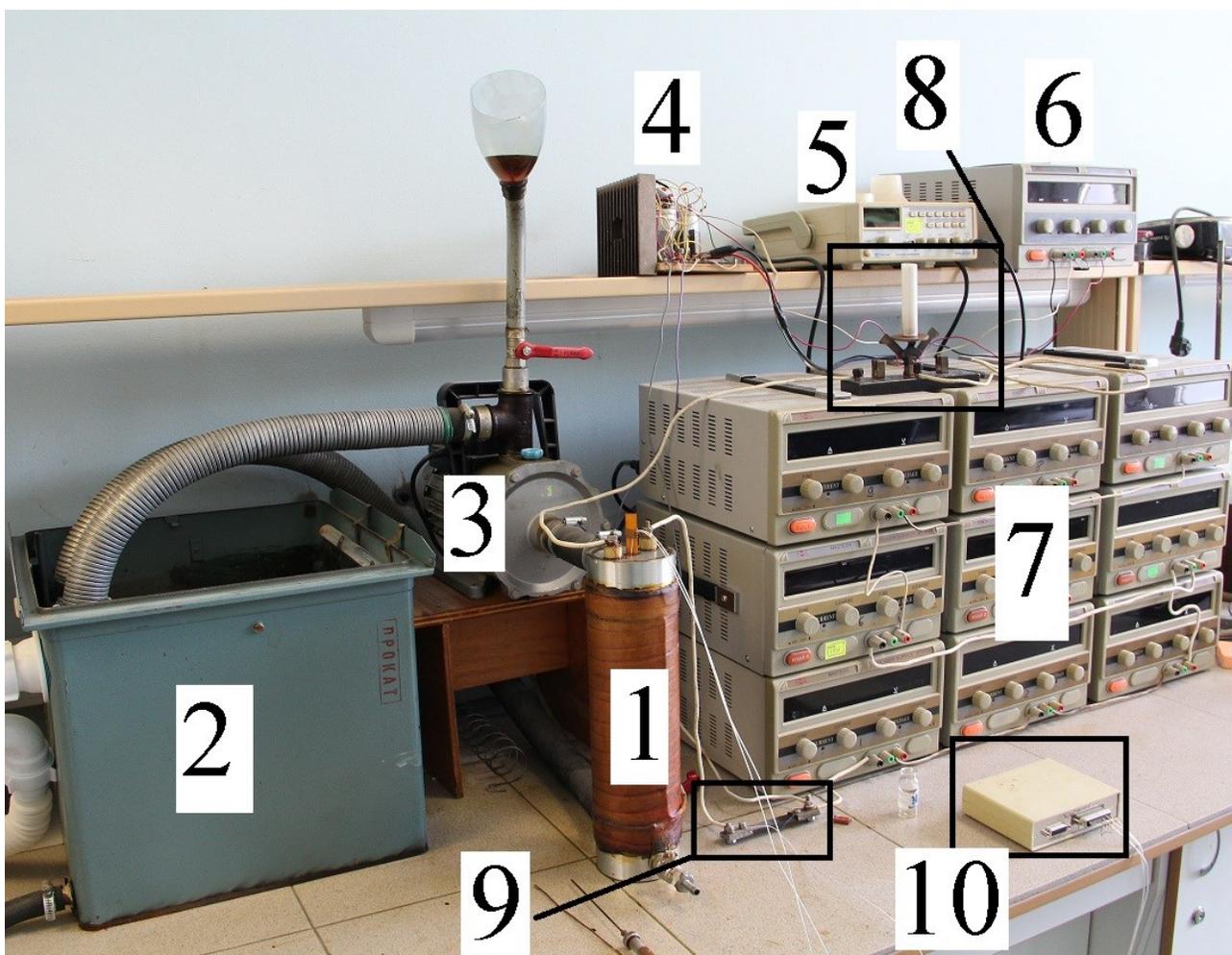


Рис. 2.

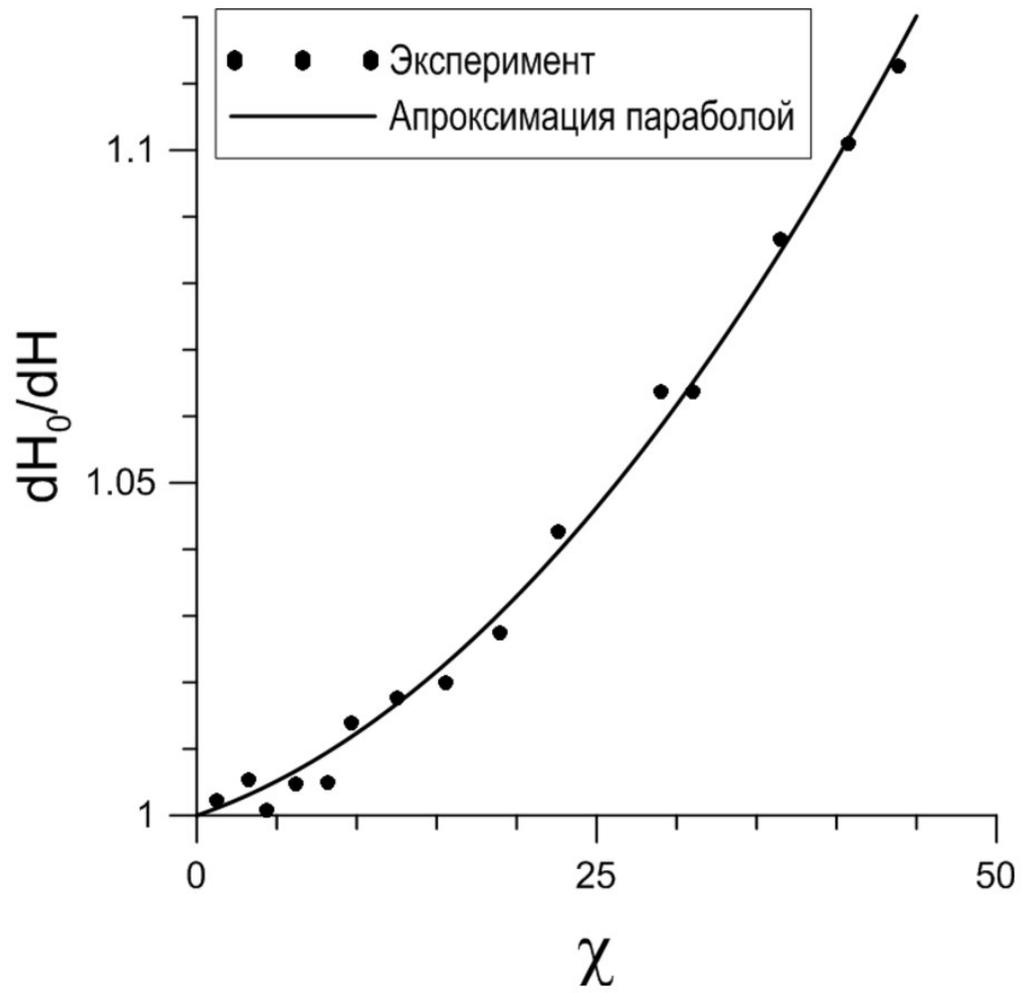


Рис. 3.

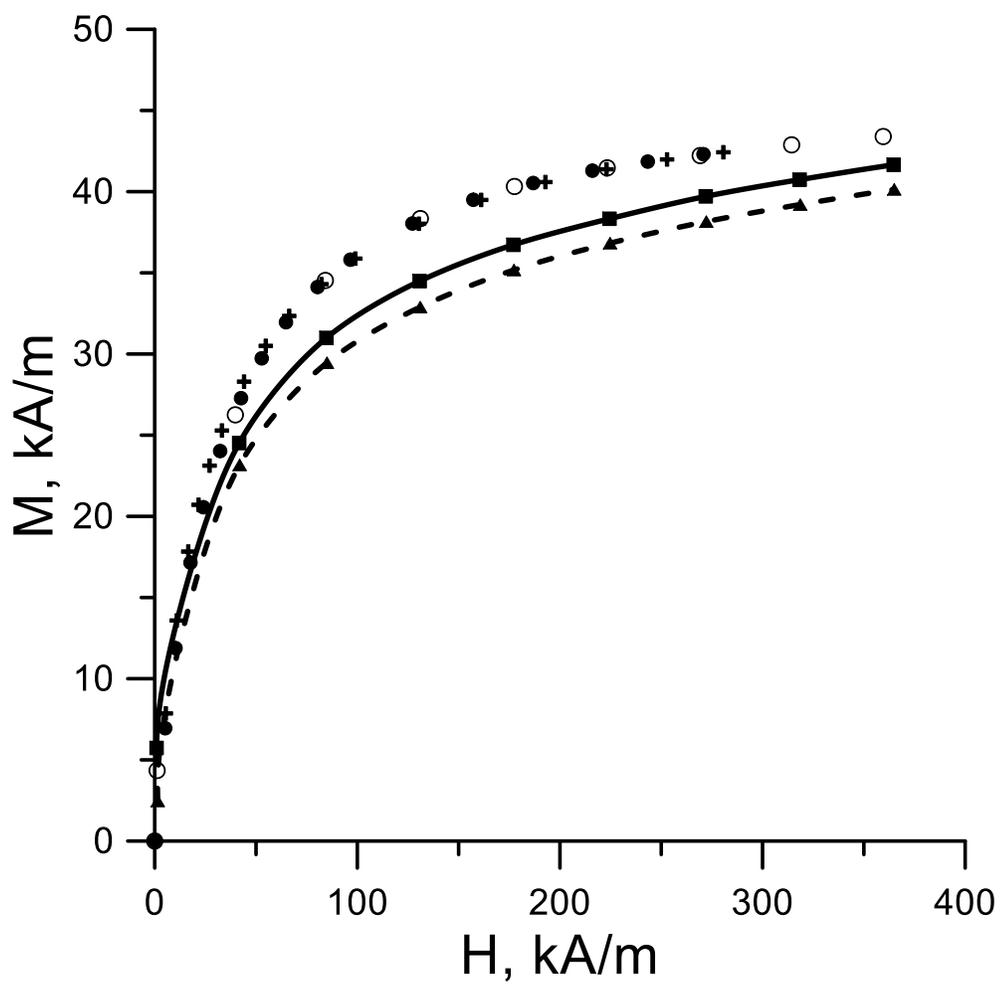


Рис 4.

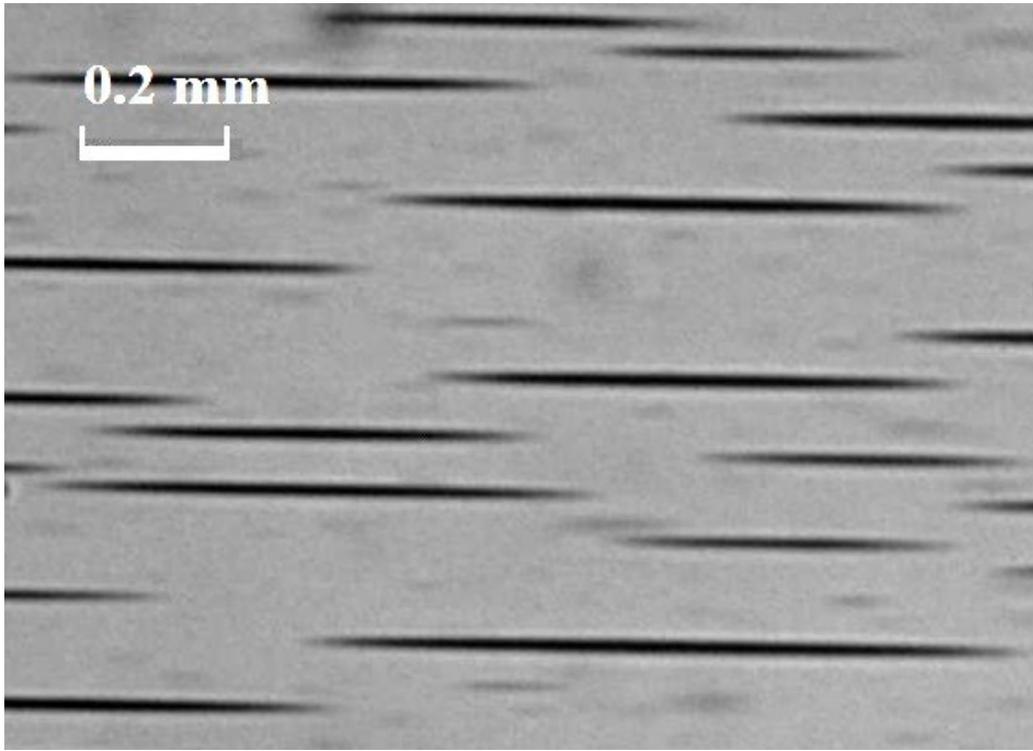


Рис. 5.

Для связи с автором:
Лебедев Александр Владимирович
E-mail: lav@icmm.ru

Для переводчика:

~~Measuring magnetization curves of ferrofluids: comparison of differential sweep method and vibrating sample magnetometer~~

~~The setup design is proposed for measuring magnetization curves by differential sweep method. On the described setup, a number of magnetization curves were measured, both classic magnetic fluids and samples obtained by their solidification. The measurement results are compared with the results obtained using a vibrating sample magnetometer. It is shown that when measuring magnetization of magnetic fluid, the vibration magnetometer gives significantly lower values compared to the differential method. When measuring the magnetization of the cured magnetic fluid sample, a complete coincidence of the results obtained by both measurement methods is observed. The discovered phenomenon is explained by the aggregation of particles in magnetic fluid under the influence of a magnetic field. The estimations of the relative delay in the movement of particles are consistent with the observed divergence in the magnitude.~~

~~**Keywords:** magnetic fluid, vibrating sample magnetometer, differential sweep~~

ЛИТЕРАТУРА

~~2. Boekelheide Z., Dennis C. L. // AIP Advances. 2016. V. 6. P. 085201.~~

~~<https://doi.org/10.1063/1.4960457>~~

~~4. Phillips J., Yazdani S., Wyatt H., Cheng R. // Magnetochemistry. 2022. V. 8. Iss. 8. P. 84.~~

~~<https://doi.org/10.3390/magnetochemistry8080084>~~

~~5. Foner S. // Review of Scientific Instruments. 1956. V. 27. № 7. P. 548.~~

~~6. Foner S. // Review of Scientific Instruments. 1959. V. 30. № 7. P. 548.~~

~~7. Pshenichnikov A. F., Mekhonoshin V. V., Lebedev A. V. // Journal on Magnetism and Magnetic Materials. 1996. V.161. P. 94.~~