

УДК 53.082; 537.84
PACS 07.55.Jg, 75.50.Mm

О непригодности вибрационного магнитометра для измерения кривых намагничивания магнитных жидкостей

А. В. Лебедев

Институт механики сплошных сред УрО РАН, Пермь, Россия
lav@icmm.ru

Выполнены измерения кривых намагничивания образцов магнитной жидкости с помощью вибрационного магнитометра и методом дифференциальной прогонки. Показано, что вибрационный магнитометр дает существенно заниженные значения намагниченности. Измерены кривые намагничивания отвержденного образца магнитной жидкости на основе эпоксидной смолы. Наблюдается полное совпадение кривых намагничивания, полученных двумя методами измерений. Образец на основе стирола первоначально был измерен на вибрационном магнитометре в жидком состоянии. Затем образец был полимеризован (без извлечения его из магнитометра) и выполнены повторные измерения. Кривая намагничивания жидкого образца проходила существенно ниже кривой полимеризованного образца.

Ключевые слова: вибрационный магнитометр; магнитная жидкость

Поступила в редакцию 18.04.2022; после рецензии 06.05.2022; принята к опубликованию 06.05.2022

On the unsuitability of a vibrating sample magnetometer for measuring the magnetization curves of magnetic fluids

A. V. Lebedev

Institute of Continuous Media Mechanics UB RAS, Perm, Russia
lav@icmm.ru

The magnetization curves of magnetic fluid samples were measured using a vibrating sample magnetometer (VSM) and the differential run method. For standard magnetic fluids, the VSM gives significantly underestimated values of magnetization. In the case of a solid sample of a magnetic fluid based on epoxy resin, there is a complete coincidence of the magnetization curves obtained by the two measurement methods. The last experiment was performed with a styrene-based sample. It was initially measured with the use of the VSM in a liquid state. Then the sample was polymerized (without being removed from the magnetometer) and repeated measurements were performed. The magnetization curve of the liquid sample was noticeably lower than that of the polymerized sample.

Keywords: vibrating sample magnetometer; magnetic fluid

Received 18 April 2022; revised 06 May 2022; accepted 06 May 2022

doi: 10.17072/1994-3598-2022-2-20-25

1. Введение

Метод вибрирующего образца для определения его магнитного момента был предложен в работе Фонера 1956 года [1]. Параллельно с этим пробовался и метод вибрирующей катушки [2]. Однако идея вибрирующего образца оказалась более удачной, что вполне естественно. В этом случае источником полезного сигнала является только магнитный момент образца в отличие от метода вибрирующей катушки, где необходимо исключать сигнал от внешнего поля.

С течением времени конструкция вибрационного магнитометра непрерывно совершенствовалась и постепенно оформилась в виде серийного прибора. Теперь экспериментатору не нужно самому мотать измерительные катушки, закреплять их на электромагните и т.д. Достаточно закрепить исследуемый образец в держателе стандартного прибора и запустить на компьютере программу измерений. Видимые простота и удобство использования стандартного серийного оборудования вызывают соблазн его применения 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 [3].

Предлагаемая работа посвящена сравнению результатов измерения кривых намагничивания образцов магнитной жидкости, полученных на вибрационном магнитометре, а также методом дифференциальной прогонки. Использовались как классические магнитные жидкости [4], так и образцы, приготовленные из них путем отверждения.

2. Методы измерения кривых намагничивания

2.1. Метод дифференциальной прогонки

Метод дифференциальной прогонки был разработан в лаборатории динамики дисперсных систем ИМСС УрО РАН в самом начале ее работы и с тех пор активно применяется для измерения кривых намагничивания магнитных жидкостей. Основным экспериментально измеряемым параметром является дифференциальная восприимчивость образца магнитной жидкости в зависимости от напряженности внешнего постоянного поля. Полная кривая намагничивания получается затем путем численного интегрирования зависимости $\chi(H)$.

Схема измерения дифференциальной восприимчивости магнитной жидкости в подмагничивающем поле во многом аналогична измерению начальной восприимчивости в переменном поле [5]. Здесь также образец жидкости в цилиндрической ампуле помещается внутрь измерительной

катушки. Последовательно с измерительной включается дополнительная катушка для компенсации сигнала в отсутствие образца жидкости. Она же используется для контроля амплитуды переменного зондирующего поля. Магнитное поле состоит из двух компонент: постоянной и слабой переменной. Частота переменного поля в зависимости от свойств образца выбирается в диапазоне 0.1–1 Гц. Амплитуда поля в слабых подмагничивающих полях составляет около 200 А/м. С ростом постоянного поля амплитуда зондирующего поля увеличивается до 2 кА/м.

Для создания внешнего постоянного поля первоначально использовался электромагнит ФЛ-1. Использование электромагнита приводит к плохо контролируемой величине размагничивающего фактора образца из-за влияния полюсных наконечников. В дальнейшем магнит был заменен мощным соленоидом с жидкостным охлаждением. Это позволило использовать длинные образцы с надежно известным размагничивающим фактором небольшой величины.

Первоначально регистрация сигналов производилась с помощью самописца. На сегодняшний день используется 24-разрядный АЦП, сопряженный с компьютером. Погрешность измерения дифференциальной восприимчивости этим методом оценивается в 0.2 %

2.2. Метод вибрационного магнитометра

Поскольку в нашем распоряжении не было готового серийного вибрационного магнитометра заводского изготовления (например, магнитометра LakeShore 8600 Series VSM), мы вновь занялись конструированием. Была выбрана общепринятая схема Фонера [6]. В зазоре электромагнита ФЛ-1 на торцах полюсных наконечников были помещены две пары измерительных катушек. Катушки имели форму дисков, конструктивно объединенных в виде восьмерок, и включались встречно-последовательно. Образец имел форму цилиндра диаметром и высотой 5 мм и подвешивался в центре зазора электромагнита. Для создания вибраций подвеса использовалась катушка мощного громкоговорителя, помещенная в кольцевом зазоре специального электромагнита. Частота вибраций составляла обычно 36 или 72 Гц. Амплитуда вибраций контролировалась по величине сигнала, индуцируемого во вспомогательной катушке постоянным магнитом, закрепленным на каркасе катушки громкоговорителя.

Сигналы с опорной и измерительных катушек регистрировались с помощью двухканального синхронного усилителя ElockIn 203 Anfates. Калибровка чувствительности магнитометра производилась по сигналу, индуцируемому постоянным неодимовым магнитом диаметром и высотой 4 мм. Магнитный момент калибровочного магнита опре-

делялся по величине напряженности магнитного поля на его оси в нескольких точках и составлял 0.04 Ам^2 .

3. Результаты измерений

3.1. Измерение кривых намагничивания магнитных жидкостей

Было выполнено сравнение кривых намагничивания, измеренных двумя методами, для двух образцов магнитных жидкостей на основе магнетита. В первом случае исследовался образец с высокой восприимчивостью, содержащий крупные частицы. Полученные результаты представлены на рис. 1.

Из рис. 1 хорошо видно, что кривая намагничивания, полученная на вибрационном магнитометре, лежит существенно ниже кривой, измеренная методом дифференциальной прогонки. Наблюдаемое расхождение значительно больше ожидаемой погрешности измерений.

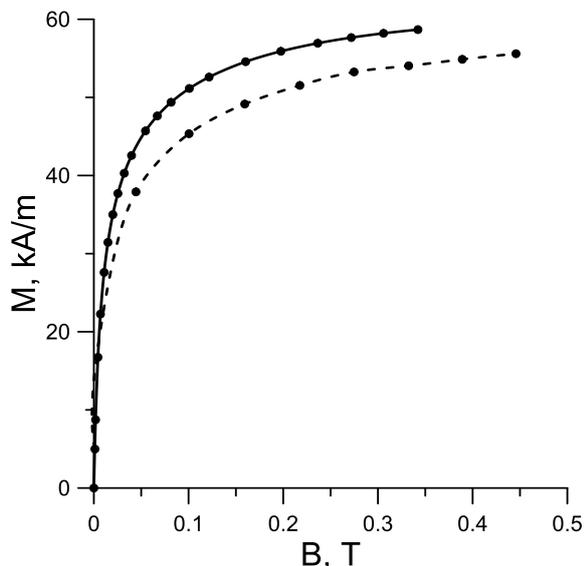


Рис. 1. Сравнение результатов измерения кривой намагничивания крупнодисперсной магнитной жидкости методом дифференциальной прогонки (сплошная кривая) и вибрационным магнитометром (пунктирная кривая)

Нестыковка кривых намагничивания могла бы быть объяснена запаздыванием колебаний частиц от колебаний контейнера с базовой жидкостью. Однако оценка скорости дрейфа отдельных частиц относительно жидкости дает величину, на 7–8 порядков меньшую 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 вытянутого эллипсоида с поперечным размером порядка нескольких микрон.

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

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

Здесь C_F – коэффициент формы, (для цилиндра, ориентированного поперек потока, его обычно полагают равным 1.2), ρ – плотность жидкости, v – скорость движения цилиндра.

Вязкие силы противодействуют силе Архимеда, действующей на тело, плавающее в вибрирующей жидкости:

$$F_A = (\rho_a - \rho) \frac{\pi d^2}{4} la\omega^2.$$

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

$$v = \sqrt{\frac{(\rho_a - \rho) \pi da\omega^2}{\rho 2C_F}}.$$

Подставляя значения реальных параметров $\rho_a=2500 \text{ кг/м}^3$, $\rho=800 \text{ кг/м}^3$, $d=10 \text{ мкм}$, $a=0.5 \text{ мм}$, получаем амплитуду скорости относительного дрейфа агрегата $v \sim 0.05 \text{ м/с}$. Амплитуда скорости вибраций контейнера с жидкостью при этом составляет $v_c = a\omega = 0.23 \text{ м/с}$.

Таким образом, скорость движения агрегатов относительно измерительных катушек магнитометра меньше скорости колебаний контейнера на один-два десятка процентов. Подобное расхождение мы и наблюдаем между кривыми намагничивания.

Образование агрегатов и их влияние на результаты измерений на вибрационном магнитометре наблюдается так же и на жидкостях, содержащих гораздо более мелкие частицы. На рис. 2 представлены результаты измерения кривых намагничивания жидкости, предназначенной для работы в магнитных уплотнениях. Подробно свойства этой жидкости исследованы в нашей работе [7]. Здесь мы так же наблюдаем существенное расхождение результатов измерений кривых намагничивания.

Несущей средой для данной жидкости является вакуумное масло – жидкость с высокой вязкостью. И даже несмотря на вязкую среду наблюдается занижение результатов измерений. При замене несущей жидкости на менее вязкую (керосин) рас-

хождение между кривыми увеличивается. На рис. 2 этому соответствует третья, нижняя кривая.

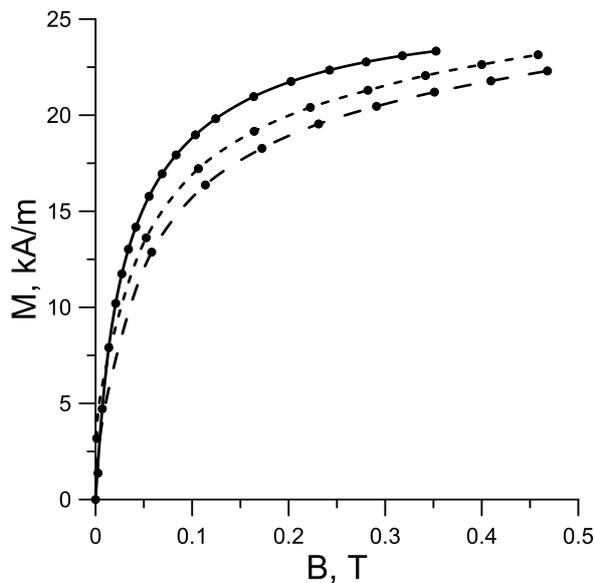


Рис. 2. Сравнение кривых намагничивания мелкодисперсной жидкости, измеренных методом дифференциальной прогонки (верхняя кривая), на вибрационном магнитометре (средняя кривая) и на магнитометре после замены несущей среды с вакуумного масла на керосин (нижняя кривая)

3.2. Сравнение кривых намагничивания отвержденного образца на основе эпоксидной смолы

Разумеется, хорошо было бы убедиться, что на нашем макете вибрационного магнитометра мы не делаем какой-либо грубой ошибки. Для этого представляет интерес сравнение результатов измерений кривой намагничивания твердого образца. Для экспериментов был выбран образец отвержденной магнитной жидкости на основе эпоксидной смолы. Подобные образцы исследовались в работе [8]. Образец имел форму цилиндра диаметром 4,28 мм и длиной 90 мм. Затем была измерена его кривая намагничивания методом дифференциальной прогонки. Для измерений на вибрационном магнитометре от образца был отрезан цилиндр длиной 5,15 мм и закреплен на конце вибратора соосно с магнитным полем.

При анализе результатов измерений намагниченности образца в форме короткого цилиндра необходимо, естественно, учитывать влияние размагничивающего фактора, которое в данном случае становится весьма заметным. Как показали дополнительные опыты, результаты измерений практически не меняются при расположении оси образца перпендикулярно магнитному полю. Следовательно, размагничивающий фактор в данном случае практически одинаков для всех трех ориен-

таций образца и в первом приближении его можно принять равным 1/3.

На рис. 3 представлены результаты измерения обоими методами кривой намагничивания отвержденного образца магнитной жидкости на основе эпоксидной смолы. Экспериментальные точки на рис. 3 хорошо укладываются на одну общую кривую. Сразу даже нельзя и сказать, по каким точкам проводится аппроксимирующая кривая.

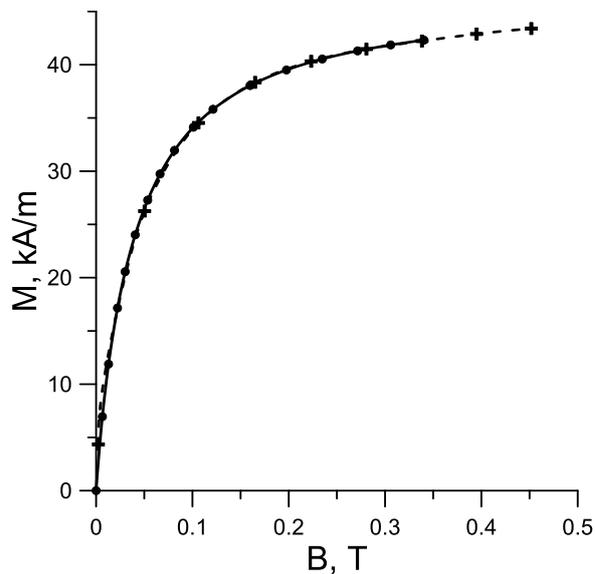


Рис. 3. Сравнение кривых намагничивания твердого образца на основе эпоксидной смолы, полученных методом дифференциальной прогонки и на вибрационном магнитометре

Точное совпадение полученных результатов радует вдвойне. Во-первых, это говорит о том, что в наших измерениях мы не сделали существенных методических ошибок и большое количество результатов магнитных измерений, полученных ранее методом дифференциальной прогонки, получает дополнительное подтверждение. Во-вторых, проясняется причина занижения величины намагниченности магнитной жидкости при измерениях на вибрационном магнитометре.

3.3. Измерение кривых намагничивания образца на основе стирола до и после полимеризации

Наиболее наглядной демонстрацией влияния агрегатного состояния образца на результаты измерений был бы эксперимент, в котором первоначально на вибрационном магнитометре измерялась бы кривая намагничивания образца в жидком состоянии. Затем образец отверждался, и кривая измерялась повторно. Подобный эксперимент вполне осуществим, если в качестве несущей среды для магнитной жидкости использовать стирол.

Стирол является уникальной жидкостью в том смысле, что в нем диспергируются частицы маг-

нитной жидкости (на его основе можно приготовить магнитную жидкость) и в то же время его легко можно отвердить путем полимеризации. Полимеризация стирола обычно выполняется при помощи так называемых активаторов - перекисных соединений. Наиболее подходящим активатором для стирола является бензоилпероксид. Он хорошо растворяется в стироле в силу наличия бензольных колец и инициирует реакцию полимеризации при невысоких температурах.

Эксперимент проводился следующим образом. Бензоилпероксид растворялся в стироле в концентрации 2 % по массе. Затем в полученной смеси диспергировались частицы магнетита, покрытые олеиновой кислотой. После суточной выдержки, необходимой для полного растворения (пептизации) частиц, полученный образец заливался в контейнер вибрационного магнитометра, и осуществлялось измерение кривой намагничивания. Затем образец нагревался до 80°C и выдерживался при этой температуре в течение 8 ч. Происходила его полимеризация. Самое существенное, что полимеризация производилась без извлечения образца из магнитометра и изменения его положения. Это исключает погрешности, связанные с его позиционированием относительно измерительных катушек. После остывания образца повторно измерялась его кривая намагничивания.

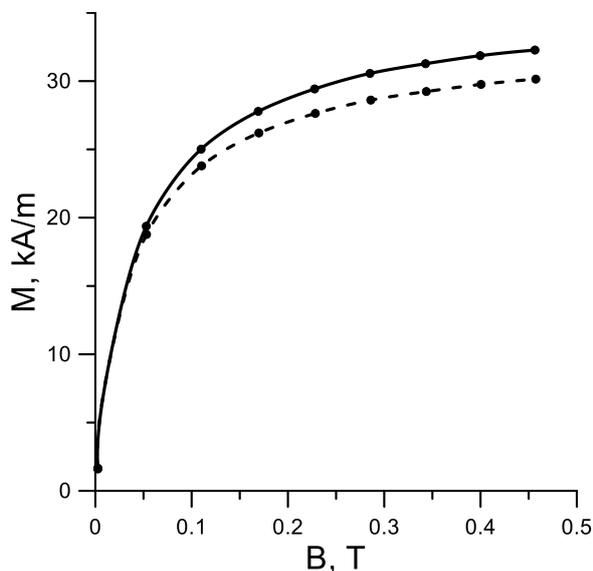


Рис. 4. Сравнение результатов измерения на вибрационном магнитометре кривых намагничивания образца на базе стирола до полимеризации (пунктирная линия) и после (сплошная линия)

Полученные кривые намагничивания образца магнитной жидкости на базе стирола в жидком и отвержденном состояниях представлены на рис. 4. Из рис. 4 хорошо видно, что кривая намагничивания магнитной жидкости в «жидком состоянии» проходит заметно ниже кривой полимеризованной

магнитной жидкости. Существенно в этих опытах то, что измеряется намагниченность одних и тех же частиц, сначала взвешенных в жидкой среде, а затем – механически заблокированных.

4. Заключение

Таким образом, измерен ряд кривых намагничивания магнитных жидкостей как в нормальном состоянии, так и отвержденных. Для классических магнитных жидкостей кривые намагничивания, измеренные на вибрационном магнитометре, существенно ниже кривых намагничивания, полученных методом дифференциальной прогонки. При уменьшении вязкости несущей среды расхождение между кривыми нарастает. Наблюдаемое различие может быть объяснено запаздыванием движения агрегатов от движения контейнера с жидкостью при измерениях на вибрационном магнитометре.

При измерениях обоими методами кривых намагничивания отвержденного образца магнитной жидкости на основе эпоксидной смолы наблюдается полное совпадение результатов измерений.

На вибрационном магнитометре выполнены измерения кривой намагничивания образца магнитной жидкости на основе стирола до и после его полимеризации. Намагниченность полимеризованного образца заметно превышает намагниченность образца, измеренную до его полимеризации.

Список литературы

1. Foner S. Vibrating-sample magnetometer // Review of Scientific Instruments. 1956. Vol. 27. N. 7. P. 548.
2. Smith D. O. Development of a vibrating-coil magnetometer // Review of Scientific Instruments. 1956. Vol. 27. N. 5. P. 261.
3. Арефьев И. М., Испирян А. Г., Куникин С. А., Сирунян В. А. Магнитные свойства магнитной жидкости на основе ундекана // Журнал технической физики. 2017. Т. 87. № 4. С. 498–503.
4. Шлиomis М. И. Магнитные жидкости // Успехи физических наук. 1974. Т. 112. Вып. 3. С. 435–458.
5. Пшеничников А. Ф. Мост взаимной индуктивности для анализа магнитных жидкостей // Приборы и техника эксперимента. 2007. Т. 4. С. 88–93.
6. Foner S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer // Review of Scientific Instruments. 1959. Vol. 30. N. 7. P. 548.
7. Пшеничников А. Ф., Лебедев А. В., Радионов А. В., Ефремов Д. В. Магнитная жидкость для работы в сильных градиентных полях // Коллоидный журнал. 2015. Т. 77. С. 207.

8. Пшеничников А. Ф., Мехоношин В. В. Магнитные свойства отвержденных ферроколлоидов // Физика твердого тела. 1998. Т. 40. № 6. С. 1062–1067.
4. Shliomis M. I. Magnetic fluids. *Sov. Phys. Usp.*, 1974, vol. 17, pp. 153–169.
5. Pshenichnikov A. F. A mutual-inductance bridge for analysis of magnetic fluids. *Instruments and Experimental Techniques*, 2007, vol. 50, no. 4, pp. 509–514.
6. Foner S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 1959, vol. 30, no. 7, p. 548.
7. Pshenichnikov A. F., Lebedev A. V., Radionov A. V., Efremov D. V. A magnetic fluid for operation in strong gradient fields. *Colloid Journal*, 2015, vol. 77, no. 2, pp. 196–201.
8. Pshenichnikov A. F., Mekhonoshin V. V. Magnetic properties of solidified ferrocolloids. *Physics of the Solid State*, 1998, vol. 40, no. 6, pp. 970–974.
1. Foner S. Vibrating-sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 1956, vol. 27, no. 7, p. 548.
2. Smith D. O. Development of a vibrating-coil magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 1956, vol. 27, no. 5, p. 261.
3. Arefev I. M., Ispiryan A. G., Kunikin S. A., Sirunyan V. A. Magnetic properties of undecane-based magnetic fluids. *Technical Physics*, 2017, vol. 62, no. 4, pp. 517–522.

References

Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Лебедев А. В. О непригодности вибрационного магнитометра для измерения кривых намагничивания магнитных жидкостей // Вестник Пермского университета. Физика. 2022. № 2. С. 20–25. doi: 10.17072/1994-3598-2022-2-20-25

Please cite this article in English as:

Lebedev A. V. On the unsuitability of a vibrating sample magnetometer for measuring the magnetization curves of magnetic fluids. *Bulletin of Perm University. Physics*, 2022, no. 2, pp. 20–25. doi: 10.17072/1994-3598-2022-2-20-25

Сведения об авторах

Александр Владимирович Лебедев, доктор физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, Институт механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук, ул. Ак. Королева, 1, Пермь, 614013.

Author information

Aleksandr V. Lebedev, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher, Institute of Continuous Media Mechanics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences; 1, akademika Koroleva st., Perm, 614013, Russia.