

■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ THE USE OF REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-21-27
УДК 537.624.7

ВЛИЯНИЕ МАГНИТНОЙ ВЯЗКОСТИ НА РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

© А. В. Перепелкина^а, Е. А. Волегова^{а, б}, В. О. Васьковский^а, А. С. Волегов^{а, б}

^а ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

^б ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

E-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru, ORCID: 0000-0002-0902-0636

Поступила в редакцию 31 октября 2017 г., после доработки – 30 ноября 2017 г.

Принята к публикации – 10 декабря 2017 г.

Цель работы. Установление влияния магнитной вязкости на результаты измерений основных гистерезисных характеристик магнитотвердых сплавов в разомкнутой магнитной цепи для оценки неопределенности измерений характеристик магнитотвердых материалов.

Материалы и методы. Исследования выполнены на образце быстрозакаленного нанокристаллического сплава марки MQP-B+. Исследованы гистерезисные свойства сплава в разомкнутой магнитной цепи: петля гистерезиса, временные зависимости намагниченности в размагничивающих полях различной напряженности, полевые зависимости коэффициента магнитной вязкости и необратимой магнитной восприимчивости.

Результаты исследования. Установлены зависимости результатов измерений гистерезисных свойств от условий проведения измерений. Показана необходимость учета магнитной вязкости при разработке стандартных образцов магнитотвердых материалов.

Ключевые слова: магнитотвердый материал, магнитное последствие, магнитная вязкость, коэрцитивная сила, стандартный образец, магнитная цепь, вибрационный магнитометр, необратимая магнитная восприимчивость

Ссылка при цитировании:

Влияние магнитной вязкости на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов /А. В. Перепелкина и др. // Стандартные образцы. 2017. № 3–4. С. 21–27 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-21-27.

For citation:

Perpelkina A. V., Volegova E. A., Vaskovskiy V. O., Volegov A. S. Effect of magnetic viscosity on magnetic property measurements of hard magnetic materials. Standartnyye obrazcy = Reference materials, 2017, No. 3–4 pp. 21–27 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-21-27 (In Russ.).

EFFECT OF MAGNETIC VISCOSITY ON MAGNETIC PROPERTY MEASUREMENTS OF HARD MAGNETIC MATERIALS

Anastasia V. Perepelkina^a, Ekaterina A. Volegova^{a, b}, Vladimir O. Vaskovskiy^a, Aleksey S. Volegov^{a, b}

^a Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin, Ekaterinburg, the Russian Federation

^b Ural Research Institute for Metrology, Ekaterinburg, the Russian Federation

E-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru, ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-0902-0636>

Received – October 31, 2017; Revised – November 30, 2017.

Accepted for publication – December 10, 2017.

Purpose. This paper is devoted to investing of the effect of magnetic viscosity on the results of measurements of the main hysteresis characteristics of hard magnetic alloys in an open magnetic circuit of vibrating sample magnetometer.

Materials and methods. The studies were performed on a sample of a rapidly quenched nanocrystalline MQP-B+ brand alloy. Hysteresis properties of the alloy in an open magnetic circuit are studied: hysteresis loop, time dependences of magnetization in demagnetizing fields of different intensity, field dependences of the coefficient of magnetic viscosity and irreversible magnetic susceptibility.

Results. The dependences of the measurement results of the hysteresis properties on the measurement conditions are established. It is shown that magnetic viscosity must be taken into account when developing hard magnetic reference materials.

Keywords: hard magnetic material, magnetic aftereffect, magnetic viscosity, coercive force, reference material, magnetic circuit, vibrating sample magnetometer, irreversible magnetic susceptibility

Введение

Широкий спектр применений постоянных магнитов как в изделиях бытового, так и промышленного назначения требует высокой точности измерения их магнитных характеристик для обеспечения высокого качества выпускаемой продукции и в первую очередь вентильных электродвигателей. В подавляющем большинстве случаев практического использования постоянные магниты применяются в магнитных системах, создающих магнитные поля различных конфигураций. В таких системах на магниты действуют либо внешние размагничивающие поля, либо собственные поля рассеяния. При конечных температурах измерения магнитных свойств и эксплуатации постоянных магнитов в условиях воздействия внешних или собственных размагничивающих полей заметное влияние на результаты измерений и временные изменения магнитных характеристик оказывает магнитное последствие, заключающееся в изменении намагниченности с течением времени [1]. В термин

«магнитное последствие», или «магнитная вязкость», входят все явления, связанные с влиянием времени на процесс перемагничивания в ферромагнитных телах (за исключением влияния индуктивности образца, влияния вихревых токов, влияния необратимой релаксации химической или топологической микроструктуры и релаксационных явлений с характерными временами, не превышающими 10^{-5} с.).

Намагниченное состояние постоянного магнита является метастабильным, в результате чего наблюдается медленная релаксация намагниченности к термодинамически стабильному состоянию. Процесс размагничивания осуществляется за счет преодоления энергетических барьеров, разделяющих различные положения доменной границы, образования зародыша обратной магнитной фазы или максимального значения энергии магнитокристаллической анизотропии в зависимости от преобладающего механизма гистерезиса. В случае единичного энергетического барьера характеристиче-

ское время его преодоления, обусловленное тепловыми эффектами, описывается законом Аррениуса-Нееля [2]:

$$\tau = \frac{1}{f_0 e^{\frac{\Delta E}{kT}}}, \quad (1)$$

где f_0 – функция, зависящая от напряженности внешнего магнитного поля, поля анизотропии и ряда других параметров и имеющая размерность частоты. По величине $f_0 \sim 10^9$ Гц; ΔE – разность между величиной энергетического барьера и энергией состояния системы; k – постоянная Больцмана, T – температура.

Процесс релаксации в большинстве реальных магнетиков описывается следующим соотношением:

$$\sigma(t) = \sigma(0) - S \ln([t - t_0]/t'), \quad (2)$$

где $\sigma(t)$ – удельная намагниченность в момент времени t , $\sigma(0)$ – удельная намагниченность в момент времени $t = 0$, S – коэффициент магнитной вязкости, t_0 и t' – константы, имеющие размерность времени и зависящие от образца и процедуры измерений.

Экспериментально установленная логарифмическая зависимость связана с широким распределением значений энергетических барьеров и времен релаксаций [3]. Коэффициент магнитной вязкости представляет существенный практический интерес не только при рассмотрении постоянных магнитов, но также для геологии, систем записи информации, магнитомягких материалов и др.

Цель настоящей работы заключается в исследовании влияния магнитного последствия на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов на примере нанокристаллического сплава системы Nd-Fe-B.

Материалы и методы

В данной работе исследован быстрозакаленный сплав системы Nd-Fe-B вблизи состава фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ марки MQP-B+. Этот сплав представляет собой фрагменты металлической ленты толщиной 20–40 мкм. Образец сплава взвешивался на аналитических весах ME 235S (Sartorius, Германия), после чего помещался в специализированные медные капсулы, диаметром 5 мм, высотой 3 мм и фиксировался жидким парафином. Высота насыпки 0,5 мм. Значение магнитометрического размагничивающего фактора составило $N \approx 0,073$.

Измерения производились в разомкнутой магнитной цепи на вибрационном магнитометре КВАНС-1. Каждое измерение временной зависимости намагниченности выполнялось после предварительного намагничивания

образца в магнитном поле напряженностью 2 МА / м. Постоянная времени синхронного детектора составляла 300 мс.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлена предельная петля магнитного гистерезиса образца быстрозакаленного сплава марки MQP-B+. Стрелками выделен диапазон размагничивающих полей, в котором магнитная вязкость проявлялась наиболее сильно.

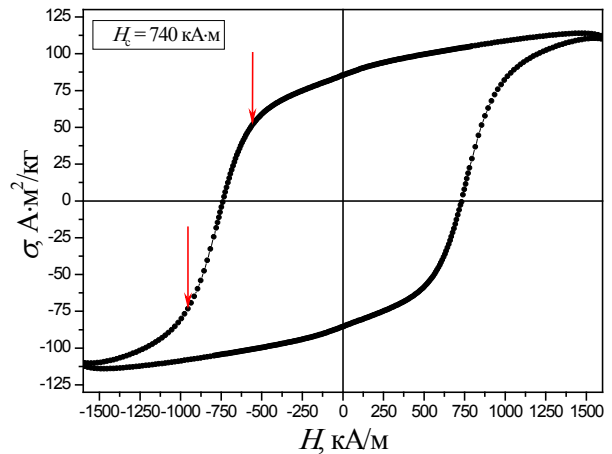


Рис. 1. Петля гистерезиса образца, изготовленного из изотропного быстрозакаленного сплава на основе соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ марки MQB+

Fig. 1. Hysteresis loop for the sample made of isotropic, rapidly quenched material based on $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ compound MQB+ brand

Образец MQP-B+ представляет собой нанокристаллический сплав со средним размером кристаллитов основной магнитотвердой фазы 25 нм [4] и изотропным распределением их осей легкого намагничивания. Перемагничивание таких кристаллитов должно происходить в соответствии с моделью Стонера-Вольфарта, то есть путем однородного вращения намагниченности. В рамках этой модели участок петли с наибольшим значением производной $\frac{d\sigma}{dH}$ должен наблюдаться в магнитных полях с напряженностью, превышающей значение коэрцитивной силы, но из рис. 1 видно, что этот участок начинается при $H \approx 500$ кА / м. Такое несоответствие связано с межзерненным обменным взаимодействием между кристаллитами [5].

Характерное время релаксации в случае единичного энергетического барьера в соответствии с (1) тем меньше, чем меньше разность энергий между величиной энергетического барьера и энергией состояния системы.

В случае набора механизмов и времен релаксаций скорость изменения намагниченности со временем в общем случае будет тем больше, чем меньше среднее значение разности энергий между величиной энергетического барьера и энергией состояния системы (или при наибольшем значении необратимой магнитной восприимчивости).

На рис. 2 дана схематическая иллюстрация методики определения необратимой магнитной восприимчивости. Перед выполнением измерений образец предварительно намагничивался до состояния технического насыщения. После чего включалось размагничивающее поле напряженностью $-H_1$ и проводилось измерение намагниченности в данном поле, поле выключалось. Затем выполнялось измерение намагниченности в нулевом поле $H = 0$. Прикладывалось размагничивающее поле $-H_2$, превосходящее по напряженности $-H_1$ ($H_2 > H_1$) и т. д.

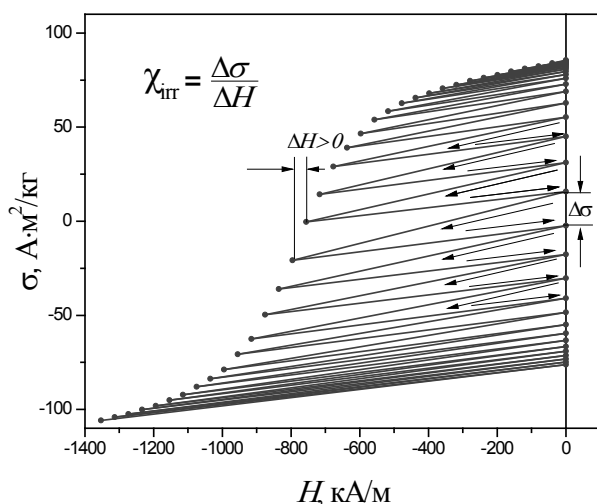


Рис. 2. Зависимость намагниченности от напряженности магнитного поля H , реализуемая при измерениях значений необратимой магнитной восприимчивости

Fig. 2. Dependence of magnetization on magnetic field intensity (H), occurring when irreversible magnetic susceptibility is measured

На рис. 3 представлена зависимость необратимой магнитной восприимчивости χ_{irr} от напряженности размагничивающего поля. Значение необратимой восприимчивости рассчитано как производная остаточной намагниченности по предварительно приложенному размагничивающему полю:

$$\chi_{irr} = \frac{\Delta\sigma(0)}{\Delta H}, \quad (3)$$

где χ_{irr} – удельная необратимая магнитная восприимчивость, $\text{м}^3/\text{кг}$, $\Delta\sigma(0)$ – приращение удельной намагничен-

ности, $\text{Ам}^2/\text{кг}$, ΔH – приращение размагничивающего поля, А/м .

Зависимость характеризуется максимумом, положение которого совпадает со значением коэрцитивной силы H_c .

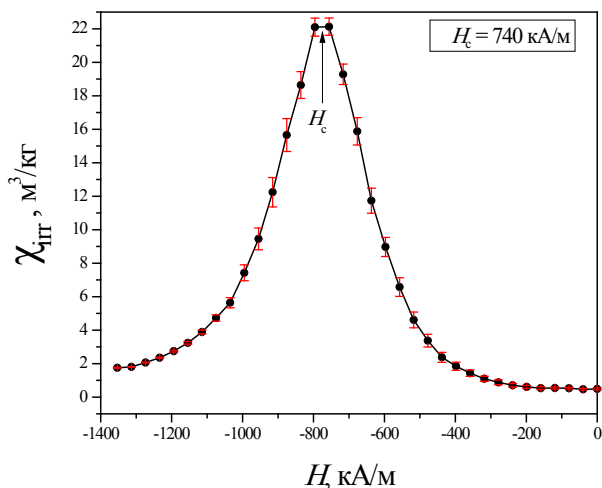


Рис. 3. Зависимость необратимой магнитной восприимчивости χ_{irr} от напряженности магнитного поля H

Fig. 3. Dependence of irreversible magnetic susceptibility χ_{irr} on magnetic field intensity H

В ходе исследований получены временные зависимости удельной намагниченности от напряженности магнитного поля, при значениях магнитных полей от 0 до $-1,5 \text{ MA/m}$. Некоторые из них в диапазоне размагничивающих полей, выделенном стрелками на рис. 1, представлены на рис. 4. Несмотря на количественные различия, ход у всех временных зависимостей одинаковый. Из полученных графиков для информативности составлена табл. 1, в которой представлены значения напряженности магнитного поля, удельной намагниченности через $t_1 = 4 \text{ с}$ и $t_2 = 100 \text{ с}$, а также их абсолютная и относительная разности. Из табл. 1 видно, что скорость изменения намагниченности зависит от напряженности магнитного поля, в котором выполняются измерения, и от длительности нахождения образца в этом поле. Например, при фиксированном значении поля -560 кА/м , за время $t = 100 \text{ с}$ намагниченность изменилась в два раза меньше, чем при значении поля -640 кА/м . Коэрцитивная сила исследуемого сплава составляет 740 кА/м .

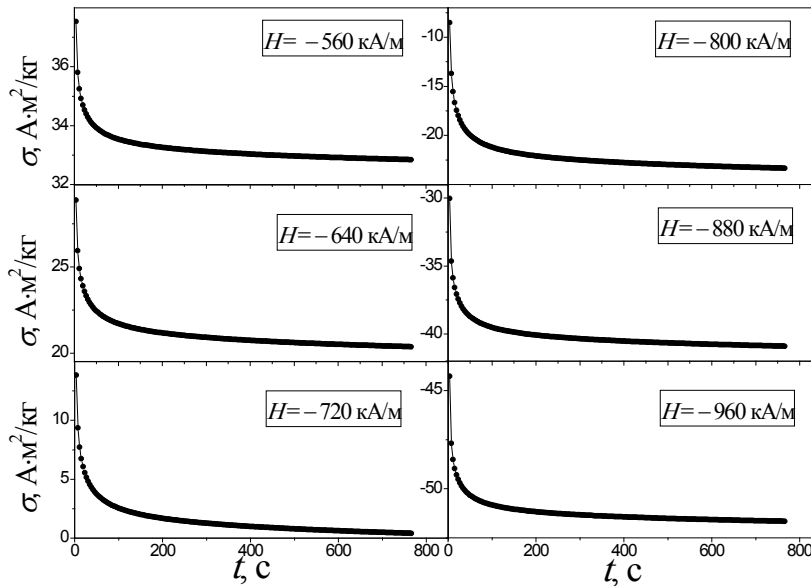


Рис. 4. Временные зависимости намагниченности образца быстроохлажденного сплава марки MQB+ для состояний, полученных размагничиванием в полях разной напряженности

Fig. 4. Time dependencies of magnetization intensity of sample of rapidly quenched MQB+ brand alloy for conditions, achieved by demagnetizing in fields of different intensity

Таблица 1. Значения намагниченности и их разности в начальный момент времени $t_1 = 4$ с и конечный момент времени $t_2 = 100$ с для различных величин размагничивающего поля
Table 1. Values of magnetization intensity and their differences at the starting moment $t_1 = 4$ s. and final moment $t_2 = 100$ s. for different values of the demagnetizing field

$H, \text{кА/м}$	$\sigma_1, \text{А} \cdot \text{м}^2 / \text{кг}$	$\sigma_2, \text{А} \cdot \text{м}^2 / \text{кг}$	$\Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_2 , \text{А} \cdot \text{м}^2 / \text{кг}$	$\Delta\sigma = \frac{ \sigma_1 - \sigma_2 \cdot 100}{ \sigma_1 }, \%$
-560	38	34	4	11
-640	29	22	7	25
-720	14	3	11	82
-800	-8	-21	13	60
-880	-30	-40	9	24
-960	-44	-51	7	13

На рис. 5 одна из зависимостей $\sigma(t)$ представлена в логарифмической временной шкале. Видно, что в области $t < 30$ с она близка к линейной, то есть соответствует механизму термического последствия. Однако при больших временах наблюдения имеет место существенное отклонение этой зависимости от логарифмического хода. Вероятно, это связано с особенностями процессов перемагничивания, которые требуют целенаправленного анализа.

Из результатов эксперимента определены значения коэффициента магнитной вязкости S при различных напряженностях размагничивающего поля. Полевая зависимость $S(H)$ приведена на рисунке 6 и характеризуется максимумом, положение которого совпадает с величиной коэрцитивной силы H_c .

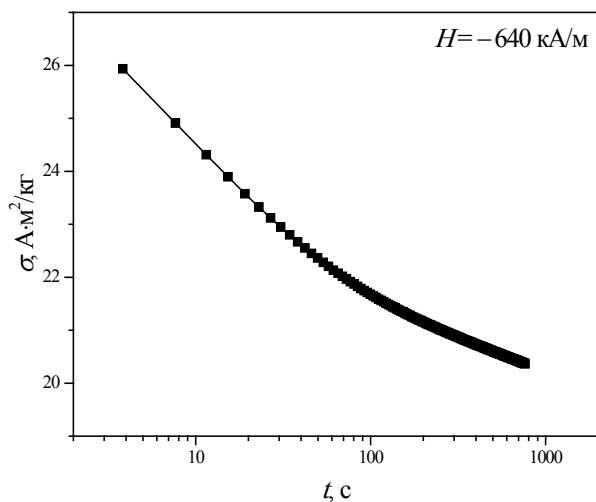


Рис. 5. Зависимость намагниченности образца от времени для размагничивающего поля напряженностью -640 кА/м

Fig. 5. Dependence of the sample magnetization intensity on time for the demagnetizing field with the intensity of -640 kA/m

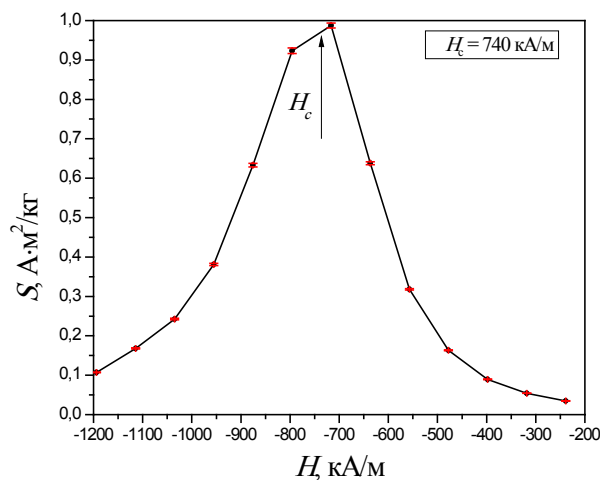


Рис. 6. Зависимость коэффициента магнитного последствия S от размагничивающего поля

Fig. 6. Dependence of magnetic viscosity coefficient S on the demagnetizing field

Из временных зависимостей намагниченности для разных значений размагничивающего поля построены ниспадающие ветви петель гистерезиса (рис. 7), соответствующие разным временам выдержки образца в ходе измерения магнитных свойств. По этим данным значения коэрцитивной силы, определенные из петель

гистерезиса, измеренных с задержкой 4 с и 600 с, составляют 765 и 715 кА / м, следствием чего является относительная разность 6,5 %.

Известно, что измерения петли гистерезиса в разомкнутой магнитной цепи сопровождаются выдержкой образцов при каждом значении напряженности магнитного поля. Длительность выдержки определяется особенностями и настройками детектирующей системы измерительной установки и заданной точностью измерений. Представленные выше данные показывают: чем большее время выдержки, тем меньшим будет измеренное значение коэрцитивной силы и максимального энергетического произведения.

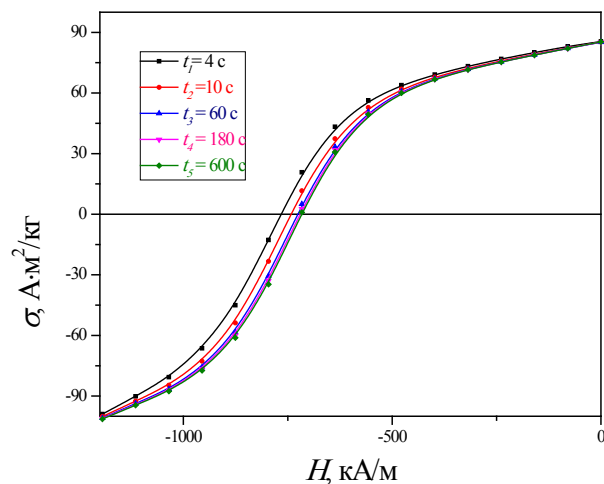


Рис. 7. Зависимости намагниченности от напряженности магнитного поля при разных временах выдержки
Fig. 7. Dependence of magnetization on magnetic field intensity at different delay times

Заключение

Магнитное последствие оказывает существенное влияние на результаты измерения параметров петли гистерезиса, поэтому должно быть учтено при разработке стандартных образцов магнитотвердых материалов. При изготовлении и аттестации стандартных образцов магнитотвердых материалов целесообразно определять временные параметры изменения намагниченности для различных вариантов и параметров магнитных цепей и приводить соответствующие результаты в свидетельстве об аттестации.

Вклад соавторов

Перепелкина А. В.: измерения, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом.

Волегова Е. А.: сбор литературных данных, сбор литературных данных на иностранных языках и их анализ, компьютерная работа с текстом, критический анализ и доработка текста.

Васьковский В. О.: научное руководство, определение замысла и методологии статьи.

Волегов А. С.: концепция и инициация исследования; критический анализ и доработка текста, компьютерная работа с текстом, формализованный анализ данных.

ЛИТЕРАТУРА

1. Müller K. H. Magnetic viscosity. Elsevier Science Ltd. Amsterdam. 2001, pp. 4997–5004.
2. Neel L. Some theoretical aspects of rock-magnetism // *Advances in physics*. 1955, pp. 191–243.
3. Ewing A. Experimental researches in magnetism // *Philos. Trans. R. Soc.* 1885, pp. 523–640.
4. Woodcock Magnetic viscosity of L10 structured Mn-Ga and Mn-Al alloys / A. S. Volegov et al // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2017, pp. 750–756.
5. Bolyachkin A. S., Volegov A. S., Kudrevatykh N. V. Intergrain exchange interaction estimation from the remanence magnetization analysis // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2015, pp. 362–366.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Анастасия Владимировна Перепелкина – магистрант Уральского федерального университета
Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19
e-mail: Anastasia.Perepyolkina.urfu@mail.ru

Екатерина Александровна Волегова – младший научный сотрудник, Уральский научно-исследовательский институт метрологии, Уральский федеральный университет
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4; г. Екатеринбург, Мира, 19
e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com
ORCID: 0000-0002-3754-0743

Владимир Олегович Васьковский – д-р. физ.-мат. наук, профессор, заведующий кафедрой магнетизма и магнитных наноматериалов Уральского федерального университета
Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19
e-mail: Vladimir.Vaskovskiy@urfu.ru

Алексей Сергеевич Волегов – канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов Уральского федерального университета; Уральский научно-исследовательский институт метрологии
Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19; г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru
ORCID: 0000-0002-0902-0636

Благодарности

Статья подготовлена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, тема № 3.6121.2017/6.8.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

REFERENCES

1. Müller K. H. Magnetic viscosity. Elsevier Science Ltd., Amsterdam, 2001, pp. 4997–5004.
2. Neel L. Some theoretical aspects of rock-magnetism. *Advances in physics*, 1955, pp. 191–243.
3. Ewing A. Experimental researches in magnetism. *Philos. Trans. R. Soc.* 1885, pp. 523–640.
4. Volegov A. S., Müller K. H., Bittner F., Mix T., Neznakhin D. S., Volegova E. A., Nenkov K., Schultz L., Woodcock T. G. Magnetic viscosity of L10 structured Mn-Ga and Mn-Al alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017, pp. 750–756.
5. Bolyachkin A. S., Volegov A. S., Kudrevatykh N. V. Intergrain exchange interaction estimation from the remanence magnetization analysis. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2015, pp. 362–366.

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anastasia V. Perepelkina – postgraduate student, Ural Federal University (UrFU)
19 Mira St., Ekaterinburg 620002 the Russian Federation
e-mail: Anastasia.Perepyolkina.urfu@mail.ru

Ekaterina A. Volegova – Junior Researcher, Ural Research Institute for Metrology,
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075 the Russian Federation
Ural Federal University (UrFU)
19 Mira St., Ekaterinburg 620002 the Russian Federation
e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com
ORCID: 0000-0002-3754-0743

Vladimir O. Vaskovskiy – D. Sc. (Phys.-Math.), Professor, Head of the Department of Magnetism and Magnetic Nanomaterials, Ural Federal University
19 Mira St., Ekaterinburg 620002 the Russian Federation
e-mail: Vladimir.Vaskovskiy@urfu.ru

Alexsey S. Volegov – Ph.D (Phys.-Math.), Docent, Associate Professor, Ural Federal University (UrFU),
19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, the Russian Federation
Ural Research Institute for Metrology (UNIIM),
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075 the Russian
e-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru
ORCID: 0000-0002-0902-0636