

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В.ЛОМОНОСОВА

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

«ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ»

Выполнил студент
419 группы:
Соболев Кирилл Владимирович

Научный руководитель:
Профессор Перов Н.С.

Допущен к защите
Зав. кафедрой магнетизма
профессор Перов Н.С. _____

Москва
2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ГЛАВА 1. Литературный обзор	
1.1 Транспортные свойства магнетиков.....	4
1.2 Транспортные свойства магнитных композитов.....	7
1.3 Магнитореологические эластомеры.....	11
ГЛАВА 2. Измерительная установка, оптимизация методики, описание образцов	
2.1 Измерительная установка.....	17
2.2 Выбор оптимальной частоты измерения.....	19
2.3 Описание образцов.....	21
ГЛАВА 3. Результаты и их обсуждение.....	24
Основные результаты и выводы.....	30
Список использованной литературы.....	31

ВВЕДЕНИЕ

Композитный материал – искусственно созданный неоднородный сплошной материал, состоящий из двух и более компонент с чёткой границей раздела между ними. Обычно компоненты подразделяют на матрицу (или связующее) и армирующие элементы (или наполнители). Готовому материалу присущи свойства, не наблюдаемые у компонент по отдельности. [1]

В данной работе рассматривается особый класс композитных материалов – магнитореологические эластомеры (МРЭ). МРЭ представляет собой диамагнитную или парамагнитную упругую матрицу, в которой распределены ферромагнитные частицы. Отличительной чертой такого композита является способность обратимо менять свои физические свойства под действием внешнего магнитного поля. При этом следует учитывать не только влияние поля на величину взаимодействия между частицами, но и характер взаимодействия частиц с матрицей. [2]

МРЭ являются новым и перспективным объектом исследования, как с чисто научной, так и с прикладной точки зрения. Уже широко используется применение МРЭ в демпфирующих устройствах и автомобилестроении [2], [3], [4]. Механические свойства магнитных эластомеров (к примеру: упругость и стрикция) хорошо изучены [5], [6], [7], недавно было исследовано влияние внешнего магнитного поля на диэлектрическую проницаемость МРЭ [8]. Транспортные свойства упругих композитов (в отличие от их твёрдых аналогов) исследованы практически не были, хотя понимание их механизмов важно и может открыть новые пути прикладного использования эластомеров, что делает проведённое исследование актуальным.

Целью работы является создание и апробирование методики измерения транспортных свойств МРЭ, проведение пилотных измерений сопротивления образцов с различными наполнителями, в том числе при деформациях.

Глава 1. Литературный обзор

1.1 Транспортные свойства магнетиков

Транспортными свойствами материалов являются их электропроводность, теплопроводность и т.д. – способность материала к распространению того или иного физического параметра. В данной работе конкретно рассматривается явление электропроводности МРЭ путём измерения электрического сопротивления образцов с различными параметрами (наполнители, деформация сжатия).

Электрическим (или гальваническим) сопротивлением называется физическая величина, характеризующая способность проводника препятствовать прохождению электрического тока [9]. В случае пропускания переменного тока через проводник об электрическом сопротивлении имеет смысл говорить, как о части импеданса проводника. Импедансом называется комплексное сопротивление проводника для гармонического сигнала. Как и любая комплексная величина, импеданс имеет действительную и мнимую часть [10]. Действительная часть называется активным сопротивлением проводника и отвечает за превращение энергии электрического тока в другие виды энергии (тепловую, химическую и т.д.). Мнимая часть импеданса называется реактивным сопротивлением и отвечает за взаимную передачу энергии между электрическим током и создаваемым им электромагнитным полем [10].

Физической основой явления электрического сопротивления является рассеяние электронов проводимости, ускоряемых разностью потенциалов на концах проводника [11]. Электроны могут рассеиваться на дефектах решётки, если речь идёт о кристаллических структурах, на фононах, магнонах и т.д. В данной работе экспериментально исследуемыми образцами являются МРЭ с ферромагнитными частицами в диамагнитной силиконовой матрице, поэтому важно понимать, какие именно механизмы рассеяния электронов проводимости отвечают за сопротивление компонент образца.

Отличительной особенностью ферромагнетика является наличие спонтанной намагниченности, в результате чего внутри каждого домена существует некоторое эффективное поле, влияющее на прохождение через него электрического тока. В результате удельное сопротивление такого материала является по сути магнитосопротивлением и для его расчета необходимо учитывать распределение намагниченности в среде. Зависимость сопротивления от наличия в веществе спонтанной намагниченности экспериментально доказана. На Рис. 1 показана температурная зависимость сопротивления чистого никеля. Видно, что кривая полного сопротивления, как и кривая его магнетонного вклада, имеют особенности в точке Кюри, где ферромагнитный порядок исчезает, и образец становится парамагнитным.

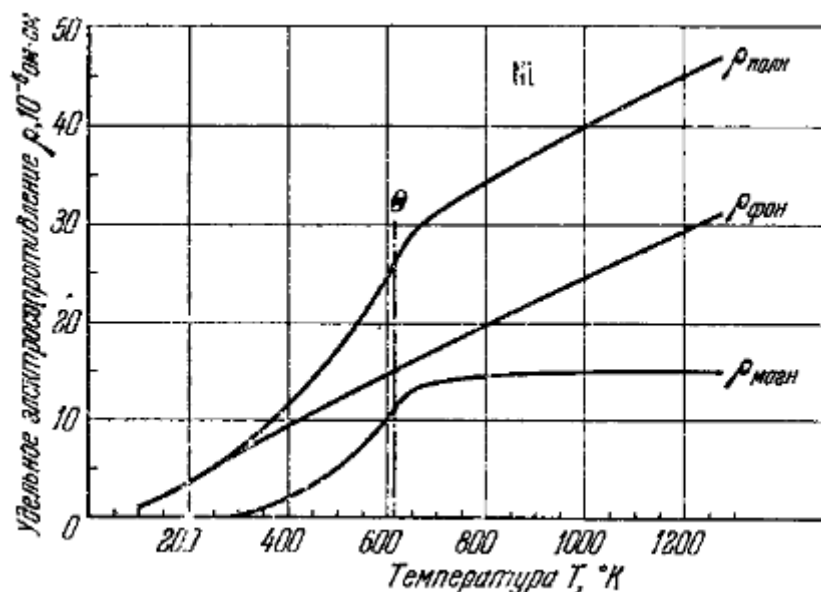


Рисунок 1 – зависимость удельного электросопротивления никеля (его фононного и магнетонного вклада) от температуры [11]

Не менее важным механизмом рассеяния является рассеяние на спиновой подсистеме материала. Если условно разделить текущий по образцу ток на токи электронов со спинами «вверх» и «вниз», то каждый из s-электронов проводимости будет в меньшей степени рассеиваться на локализованном d-электроне с одинаковым направлением спина.

Также имеются вклады в сопротивление от рассеяния электронов на доменных границах и магнитных структурах внутри них (вихревые структуры, спиновые волны на поверхностях границ).

Анализируя различные вклады в сопротивление, можно сделать предположение, что в ферромагнетике оно должно уменьшаться в присутствии внешнего магнитного поля. При этом всё больше магнитных моментов внутри материала поворачивается в определённом направлении, уменьшая вклад рассеяния на магнитной подсистеме в общее сопротивление, смещаются доменные границы, намагниченность распределяется более однородно по объёму образца [11].

Подобные исследования, среди прочих, были проведены в нынешнем году группой индийских учёных [12]. Ими исследовался ферромагнитный образец из материала со структурной формулой $\text{Ni}_{77}\text{Fe}_5\text{Cr}_{18}$, предметом изучения являлась зависимость электрического сопротивления образца от величины внешнего магнитного поля (магнитосопротивление). Магнитосопротивление рассчитывалось по формуле:

$$MR = \frac{R(H) - R_0}{R_0} \times 100\%$$

В дальнейшей работе для вычисления магнитосопротивления использовалась та же формула. На Рис. 2 приведена экспериментально полученная полевая зависимость магнитосопротивления $\text{Ni}_{77}\text{Fe}_5\text{Cr}_{18}$. Как видно из графика, максимально полученное изменение сопротивления в полях до 50 КЭ для сплошного чистого ферромагнитного материала составило 2%. Как и было предсказано из теории, сопротивление образца в поле уменьшилось [12]. Дальнейший интерес представляет рассмотрение зависимости сопротивления от поля в композитном материале, где ферромагнитная фаза разбавлена диа- или парамагнитной фазой.

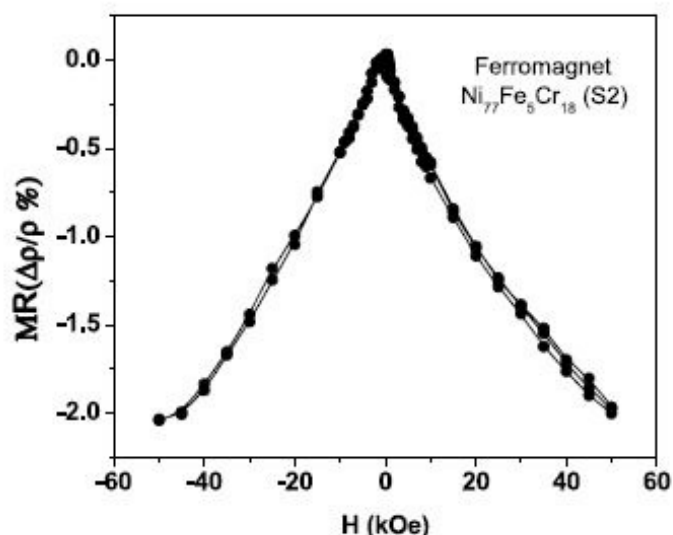


Fig. 26. MR curve for $\text{Ni}_{77}\text{Fe}_5\text{Cr}_{18}$ (S2) at 50 K till 50 kOe.

Рисунок 2 – зависимость MR от напряженности магнитного поля для $\text{Ni}_{77}\text{Fe}_5\text{Cr}_{18}$ [12]

1.2 Транспортные свойства магнитных композитов

Рассмотрение транспортных свойств композитных материалов является более сложной задачей, чем изучение чистого вещества. Помимо процессов, обуславливающих протекание и рассеяние тока в каждой отдельной компоненте материала, необходимо учитывать характер взаимодействия этих компонент.

Прежде чем перейти к обсуждению свойств упругих композитов, стоит рассмотреть их твёрдые аналоги, имеющие схожую структуру – ферромагнитные частицы, распределённые в жёсткой диа- или парамагнитной матрице. В случае, когда матрица диэлектрическая и не проводит электрический ток, такая система описывается теорией перколяции (от латинского: просачиваться, протекать). Согласно данной теории, начиная с определённой концентрации проводящих частиц в непроводящей среде, называемой порогом перколяции, ток в среде начинает течь [13]. В рассматриваемых композитах току препятствуют частицы матрицы. Ток в материале – туннельный, электроны проводимости перескакивают с одной проводящей частицы на другую, туннелируя сквозь потенциальный барьер,

создаваемый разделяющими проводящую фазу частицами матрицы. В случае, когда проводящие частицы ферромагнитны, было показано, что включение внешнего магнитного поля усиливает взаимодействие между близлежащими частицами внутри матрицы, уменьшая высоту и ширину потенциального барьера между ними. Таким образом, как и в случае чистого ферромагнетика, сопротивления материала в целом должно уменьшаться во внешнем магнитном поле [14].

Работы, доказывающие этот факт, были проведены в 2013 году китайскими учёными на образцах $\text{CrO}_2\text{-TiO}_2$, с различной концентрацией TiO_2 , начиная с нулевой. Графики зависимости магнитосопротивления образцов от напряженности приложенного к ним магнитного поля для различных концентраций TiO_2 представлены на Рис. 3. По сравнению с чистым ферромагнитным материалом, рассмотренным ранее, для магнитного композита в полях порядка 50 КЭ наблюдаемый эффект составляет больше 20%, что говорит об увеличении чувствительности образца к магнитному полю на порядок.

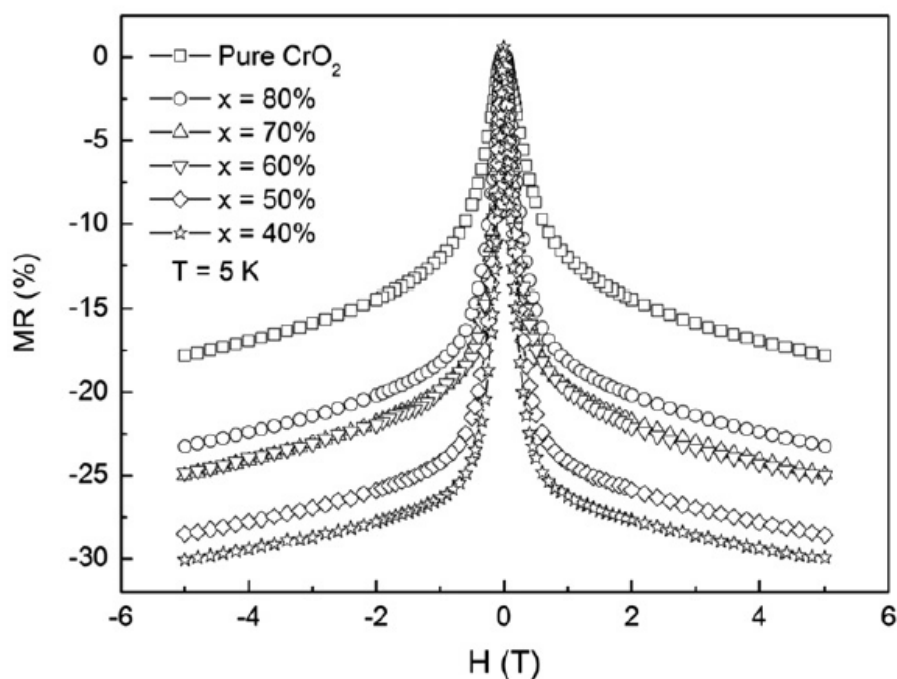


Рисунок 3 – зависимость MR от напряженности магнитного поля для образцов $\text{CrO}_2\text{-TiO}_2$ с различной концентрацией TiO_2 [14]

Теми же авторами была найдена зависимость магнитосопротивления исследуемых образцов от квадрата их намагниченности, нормированной на квадрат намагниченности насыщения. Результат представлен на Рис. 4. Столь точное совпадение кривых говорит о сильной зависимости изменения сопротивления во внешнем магнитном поле от процесса намагничивания образца.

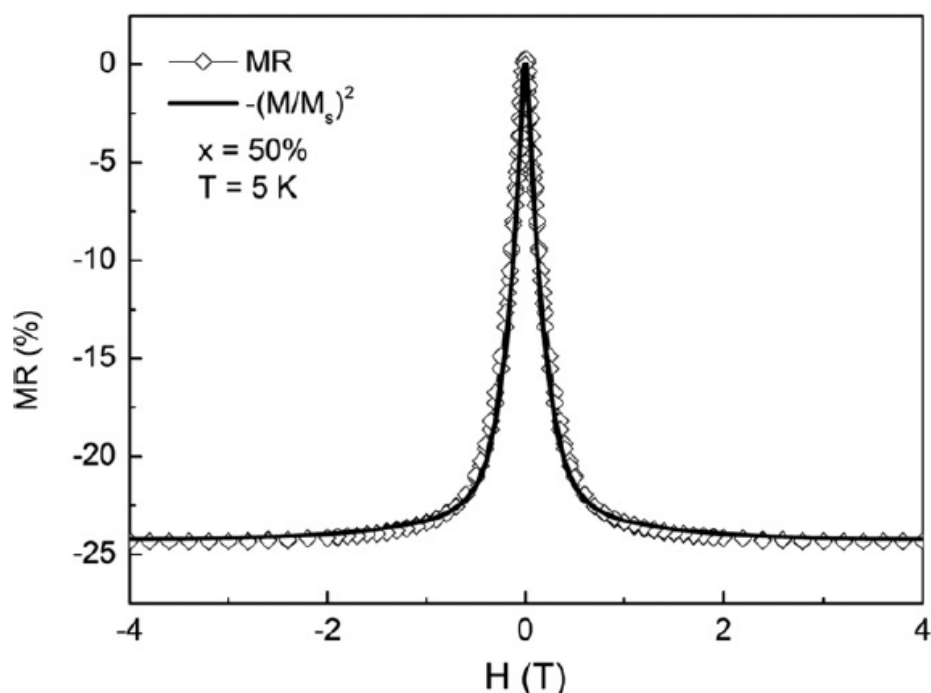


Рисунок 4 – зависимость MR и $(M/M_s)^2$ образца $\text{CrO}_2\text{-TiO}_2$ с концентрацией TiO_2 50% от напряженности внешнего магнитного поля [14]

Магнитные свойства (намагниченность насыщения, коэрцитивная сила) исследованных образцов были измерены перед началом исследования. Вид петель гистерезиса представлен на Рис. 5 с целью последующего сравнения с образцами, изучаемыми в данной работе. Характерные значения намагниченности насыщения образцов лежат в диапазоне 110-130 emu/g, значения коэрцитивных сил всех образцов составляют примерно 150 Э. Как и увеличение магнитосопротивления, уменьшение намагниченности насыщения образцов с ростом концентрации TiO_2 имеет монотонный характер.

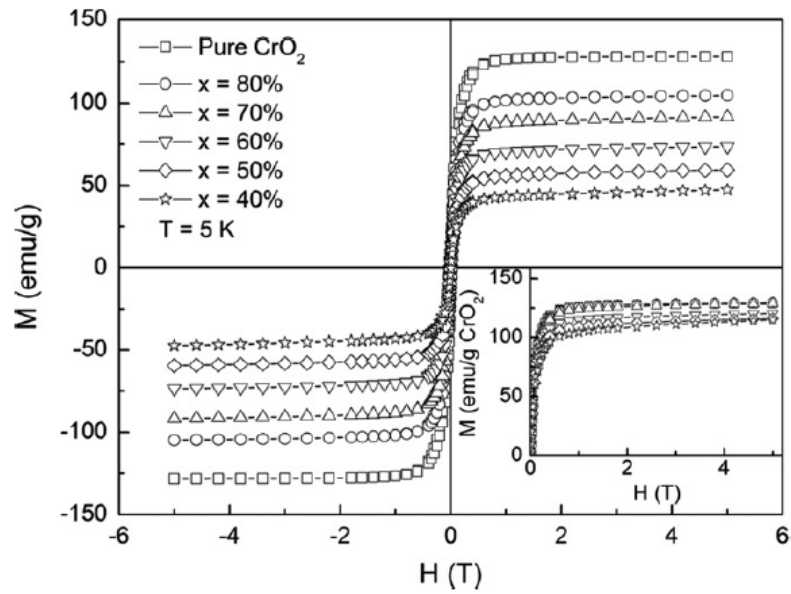


Рисунок 5 – зависимость намагниченности от напряженности внешнего магнитного поля для образцов $\text{CrO}_2\text{-TiO}_2$ с различной концентрацией TiO_2 [14]

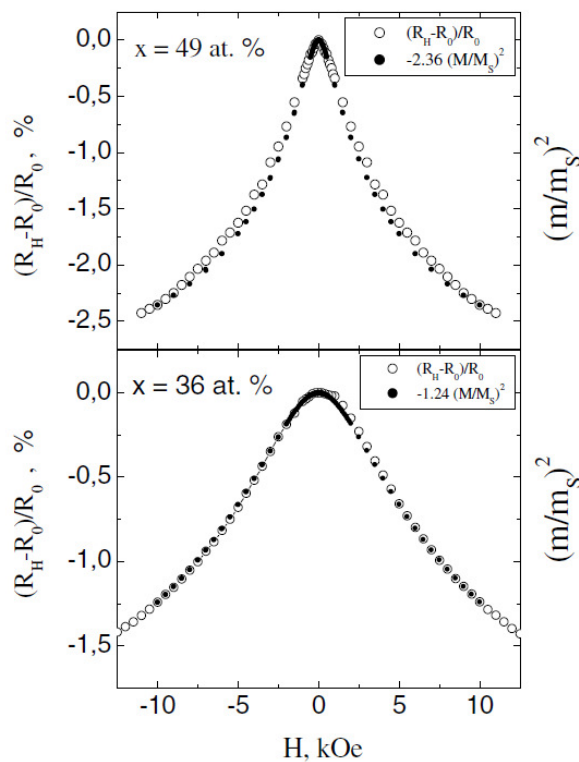


Рисунок 6 – зависимость MR и $(M/M_s)^2$ от напряженности внешнего магнитного поля для образцов $(\text{Co}_{41}\text{Fe}_{39}\text{B}_{20})_x(\text{SiO}_n)_{100-x}$ с различной концентрацией металлической фазы [15]

В статье 2003 года, опубликованной учёными Воронежского Государственного Технического Университета, были проведены схожие измерения на гранулированных аморфных композитах $(\text{Co}_{41}\text{Fe}_{39}\text{B}_{20})_x(\text{SiO}_n)_{100-x}$ с различной концентрацией металлической фазы. Результат измерения зависимости магнитосопротивления этих образцов от напряженности внешнего магнитного поля представлен на Рис. 6. Аналогично ранее рассмотренным результатам, очевидно полное совпадение кривой магнитосопротивления с кривой отношения намагниченности в поле к намагниченности насыщения, взятому в квадрате. В этом случае сопротивление меняется на величину порядка полутора процентов в поле 10 КЭ, что больше, чем в чистом ферромагнитном материале, но меньше, чем в композите, имеющем кристаллическую структуру [15].

Следующим этапом рассмотрения транспортных свойств композитных материалов является переход к МРЭ, матрица которых обеспечивает не только наличие туннельного барьера между распределёнными в ней частицами, но и упругую связь между частицами. Частицы обладают намного большей подвижностью внутри матрицы, чем в случае жёстких композитов, могут смещаться под воздействием внешних полей. Это воздействие стремится выстроить частицы в столбчатые структуры внутри матрицы, что в силу упругих связей должно значительно сильнее уменьшать туннельный барьер между частицами в поле, поэтому в МРЭ можно рассчитывать увидеть большее магнитосопротивление, чем в любом ранее описанном материале.

1.3 Магнитореологические эластомеры

Магнитореологические материалы относятся к категории так называемых «умных» материалов, способных быстро и обратимо менять свои физические свойства под действием внешнего магнитного поля. С прикладной точки зрения, это удобно в том случае, когда необходимо в реальном времени управлять каким-либо свойством материала [2].

Магнитореологические эластомеры представляют собой упругую матрицу, в которой распределены магнитные частицы. Магнитные частицы могут представлять собой Ni, Fe, NdFeB и т.д. В качестве упругих матриц чаще всего используется полиуретан, силикон, натуральные и синтетические резины и т.д. [16], [17]

Физические свойства МРЭ отличаются при различных способах изготовления материала. После добавления магнитных частиц в матрицу, процесс полимеризации можно проводить как в отсутствие, так и в присутствии магнитного поля [18]. В первом случае после полимеризации магнитные частицы в готовом образце будут распределены равномерно, и такой материал называют изотропным МРЭ. В случае, когда полимеризация проходит под воздействием внешнего магнитного поля, частицы будут выстроены внутри матрицы в столбчатые структуры вдоль направления линий напряженности поля, и такой МРЭ называют анизотропным [19].

Механические свойства МРЭ были исследованы уже давно. Все они сильно зависят от упругих свойств матрицы МРЭ. Для описания этих свойств используют модуль сдвига. [5] Включение внешнего магнитного поля увеличивает силу взаимодействия частиц внутри матрицы, что приводит к увеличению модуля сдвига. При этом кривая, описывающая изменение модуля сдвига, практически повторяет форму кривой намагничивания образца. В различных работах были получены значения изменения модуля сдвига от 60% до 800% и более от значения в нулевом поле. На Рис. 7 показана зависимость увеличения модуля сдвига МРЭ для анизотропного образца (кривая No Field) и для образцов с анизотропией, изготовленных в полях различной напряженности. Из рисунка видно, что анизотропия сильно влияет на изменение модуля сдвига, более чем на порядок увеличивая его рост во внешнем магнитном поле.

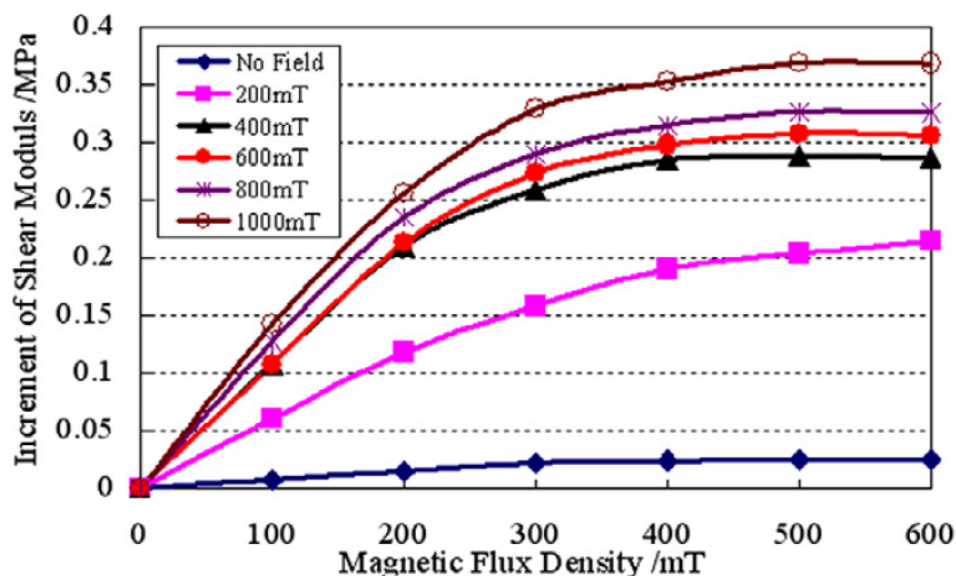


Рисунок 7 – зависимость увеличения модуля сдвига МРЭ от напряженности внешнего магнитного поля [5]

Также проводились работы по исследованию изменения модуля упругости МРЭ во внешнем магнитном поле. Было обнаружено, что модуль упругости МРЭ в магнитном поле может увеличиваться почти в 2 раза [6]. Была измерена магнитострикция образца, связанная со смещением частиц внутри матрицы при включении внешнего магнитного поля, которое неизбежно приводило к изменению формы и линейных размеров образца. Максимально достигнутое изменение длины, связанное со стрикционными эффектами составляло примерно 1% [7].

Помимо механических свойств МРЭ, изучалось также влияние магнитного поля на диэлектрическую проницаемость образца, что более интересно для рассмотрения в контексте обсуждения электрического транспорта в магнитоэологических эластомерах. Первые исследования в этой области рассматривали зависимость ёмкости конденсатора, заполненного МРЭ, от величины внешнего магнитного поля [20]. Эти исследования стоит в большей степени относить к механическим свойствам МРЭ, так как обкладки конденсатора были жёстко закреплены на сам образец, и изменение его ёмкости связано с увеличением расстояния между

обкладками конденсатора вследствие стрикционных процессов. Полученная зависимость, нормированная на начальную ёмкость, приведена на Рис. 8. Учитывая время релаксации, необходимое для перестроения частиц внутри матрицы после включения магнитного поля, одна кривая была снята сразу после включения поля, а вторая – спустя 2 минуты. Из рисунка видно, что магнитное поле способно в 2 раза увеличивать ёмкость конденсатора, заполненного МРЭ.

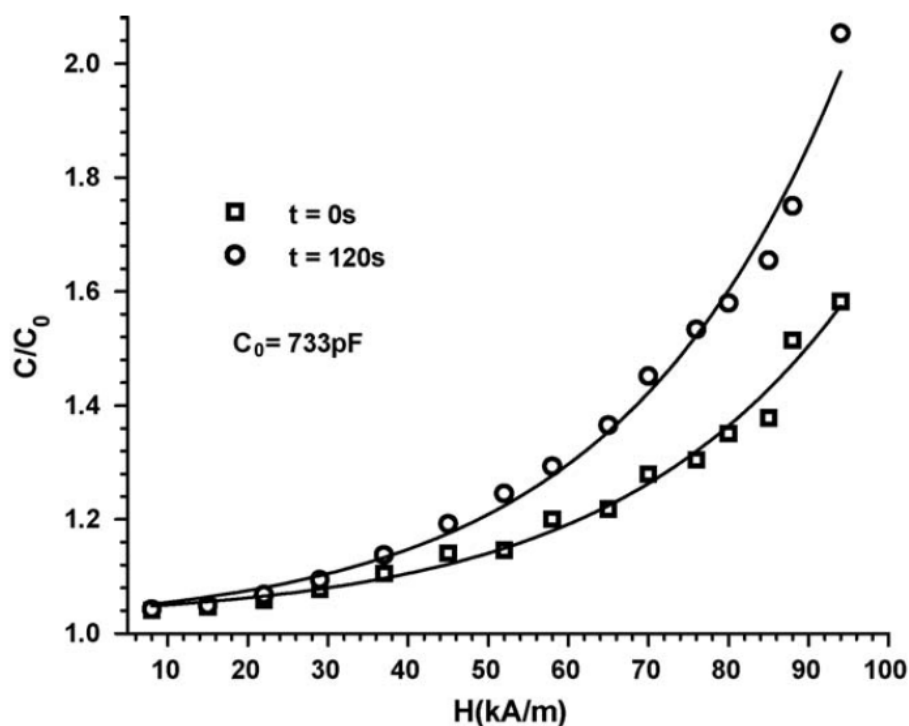


Рисунок 8 – зависимость приведенной емкости конденсатора с МРЭ от напряженности внешнего магнитного поля [20]

[21] Похожая задача ставилась в другой работе, целью которой являлось пронаблюдать изменение ёмкости конденсатора, заполненного изотропным МРЭ с различными концентрациями наполнителя (в качестве наполнителя использовалось карбонильное железо). Обкладки измерительного конденсатора также были жестко связаны с поверхностью образца, из-за чего рост ёмкости связывался с магнитострикцией МРЭ. Полученная зависимость представлена на Рис. 9.

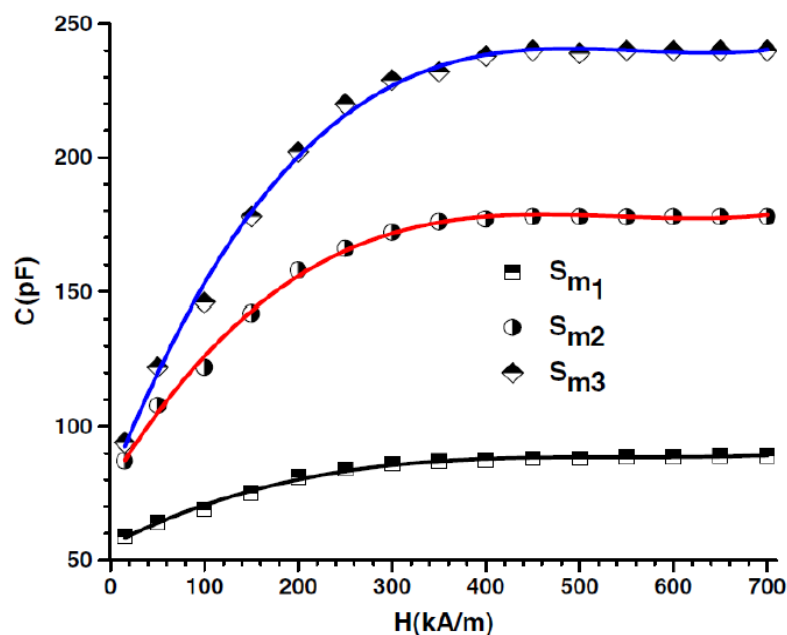


Рисунок 9 – зависимость ёмкости конденсатора, заполненного изотропным МРЭ с различными концентрациями наполнителя от напряженности внешнего магнитного поля [21]

Из рисунка видно, что внешнее магнитное поле в изотропном МРЭ также способно вызвать увеличение ёмкости конденсатора в 2-2,5 раза, а кривые имеют область сильного роста (поля 0-5 КЭ) и область насыщения (5-8 КЭ).

Непосредственное влияние внешнего магнитного поля на диэлектрическую проницаемость МРЭ изучалось в работе А. Семисаловой и др. авторов [8]. В отличие от ранее рассмотренной методики исследования изменения ёмкости конденсатора с МРЭ, в их работе использовался конденсатор, расстояние между обкладками которого было фиксировано, что исключало стрикционный вклад в изменение проницаемости. Использовался изотропный МРЭ с силиконовой матрицей с различными наполнителями (Fe, NdFeВ и т.д.). Использовались частицы различных форм и в различной концентрации. Исследование проводилось в двух конфигурациях – магнитное поле было перпендикулярно или параллельно обкладкам конденсатора. Для всех образцов были получены схожие картины

изменения диэлектрической проницаемости. Было обнаружено, что параллельное включение магнитного поля приводит к слабому уменьшению ёмкости конденсатора, в то время как перпендикулярное включение ведет к её значимому росту. Нормируя ёмкость конденсатора с МРЭ в поле на её начальное значение можно было получить значения диэлектрической проницаемости. Максимальное увеличение проницаемости для образца с наполнителем Fe составило 80%, для NdFeB – 150%. График, иллюстрирующий полученный результат, представлен на Рис. 10.

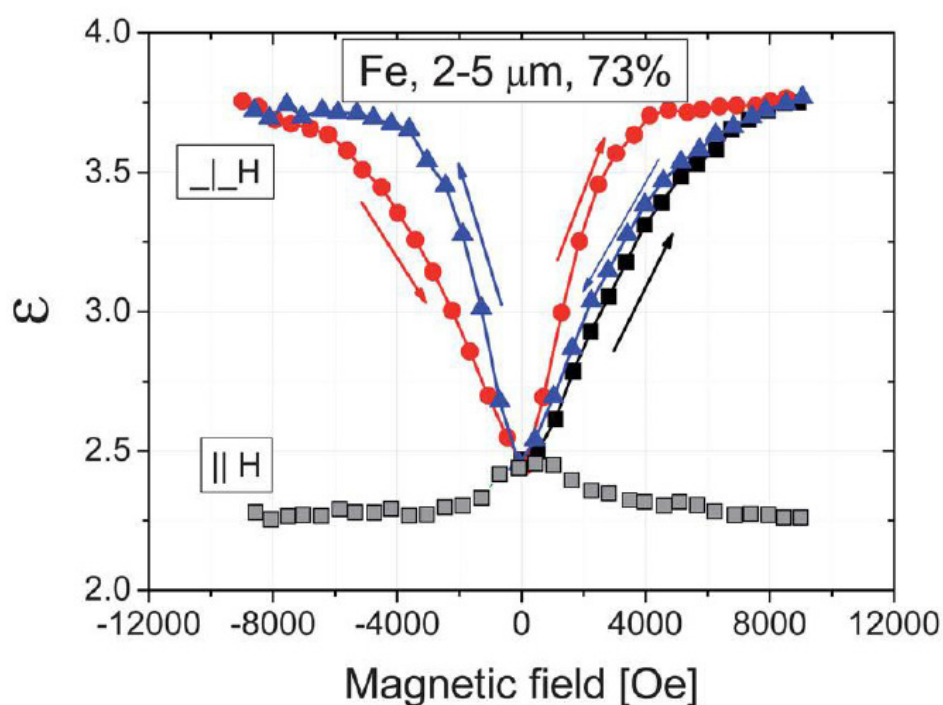


Рисунок 10 – зависимость диэлектрической проницаемости образца с наполнителем Fe 73% от напряженности внешнего магнитного поля [8]

Таким образом, исследование транспортных свойств магнитных эластомеров представляет определённый интерес как с фундаментальной, так и с прикладной точек зрения.

Глава 2. Измерительная установка, оптимизация методики, описание образцов

2.1 Измерительная установка

Для измерения транспортных свойств МРЭ была взята и модифицирована методика, ранее использовавшаяся для исследования зависимости диэлектрической проницаемости данных материалов.

Образцы помещались между обкладками плоского конденсатора, к обкладкам которого были подведены клеммы измерителя RLC AM-3016 фирмы Актаком. Измерения проводились в диапазоне частот от 0,5 до 200 кГц. Конденсатор с образцом помещался между обкладками электромагнита, способного создавать поля до 5 кЭ. Измеритель RLC параллельно снимал с измерительного узла значения активного и реактивного сопротивления.

Для исследования диэлектрической проницаемости достаточно было поместить образец в конденсатор, в то время как измерение зависимости сопротивления требовало наличия у конденсатора проводящих обкладок. Таким образом, до начала измерения обкладки оборачивались фольгой. Фольга обеспечивала подводу тока к образцу, но в то же время возникал вопрос, не станет ли она смещаться вместе с образцом в сильных полях, нарушая ход измерения. Вопрос был решён путём прочной фиксации фольги на обкладках, а также фиксацией самого образца, достигнутой регулированием расстояния между обкладками. Погрешность эксперимента, связанная с возможными малыми смещениями образца внутри измерительного узла впоследствии учитывалась в обработке результатов.

Общая схема измерительной установки представлена на Рис. 11, более подробная конструкция измерительного узла представлена на Рис. 12.

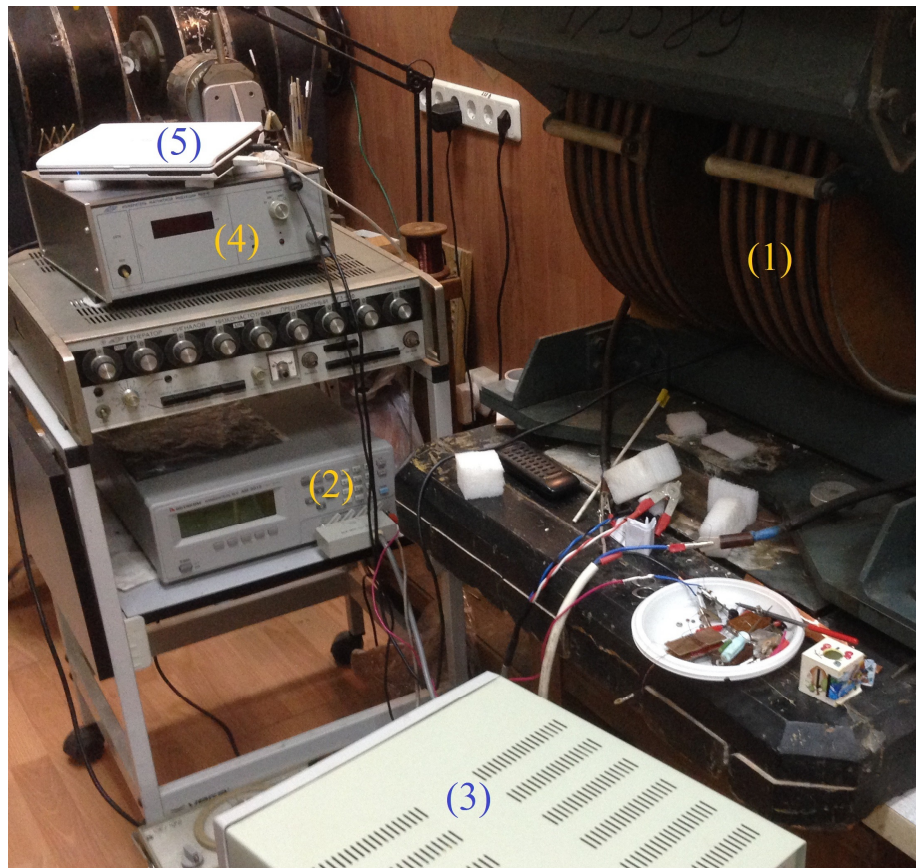


Рисунок 11 – Внешний вид измерительной установки, где

- 1 – электромагнит
- 2 – измеритель RLC
- 3 – источник тока
- 4 – измеритель индукции магнитного поля
- 5 – ПК

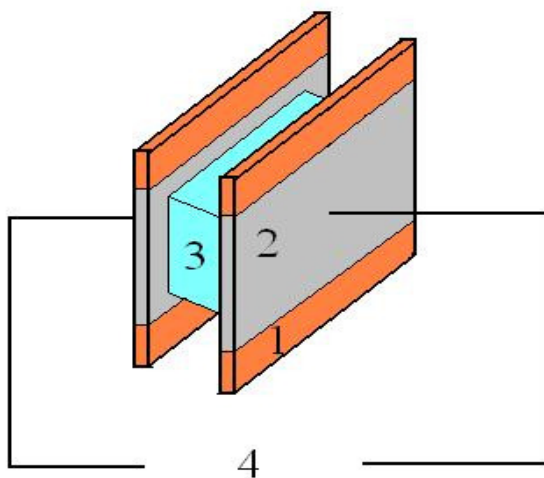


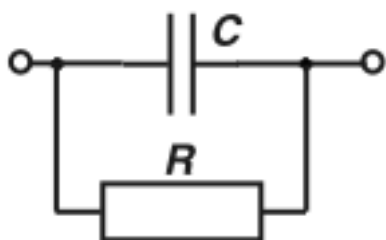
Рисунок 12 – схема измерительного узла установки

- 1 – обкладки конденсатора
- 2 – прослойка фольги, жестко закреплённая на обкладках
- 3 – образец
- 4 – клеммы измерителя RLC

2.2 Выбор оптимальной частоты измерения

В первую очередь для одного образца каждого типа была снята зависимость сопротивления от частоты тока. Зависимости были получены в нулевом магнитном поле в диапазоне частот от 0,5 до 200 кГц, образцы были предварительно размагничены.

Для теоретического описания предполагаемой зависимости была создана простейшая модель, представляющая измерительный узел установки как RC-контур (Рис. 13). Частотная зависимость импеданса, его действительной и мнимой части, была рассчитана по следующим формулам:



$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{R} + i\omega C$$

$$\operatorname{Re}Z = \frac{R}{1 + (\omega RC)^2}$$

Рисунок 13 – модельная схема измерительного узла установки

$$\operatorname{Im}Z = \frac{R^2 \omega C}{1 + (\omega RC)^2}$$

На Рис. 14 представлена теоретическая и экспериментально снятая кривая частотной зависимости активного сопротивления от для образца с наполнителем Ni в концентрации 80%. Как видно из рисунка, спад экспериментальной кривой идёт гораздо круче, чем предсказывает теория, что говорит о том, что использованная модель не точна, импеданс измерительного узла описывается более сложными функциями от частоты.

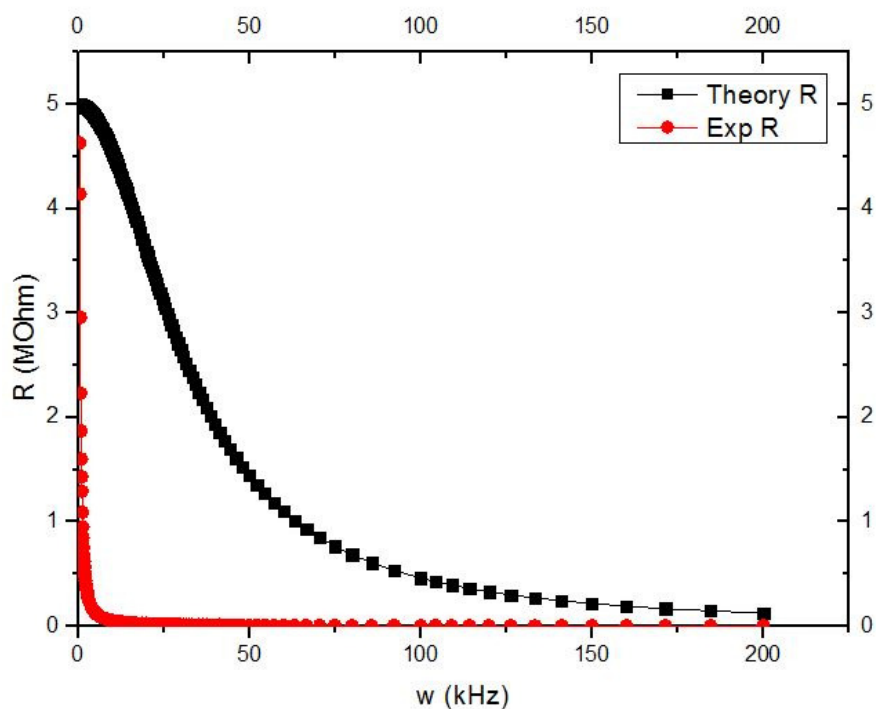


Рисунок 14 – график зависимости активного сопротивления образца Ni 80% от частоты тока (теория и эксперимент)

Частотные зависимости активного сопротивления были сняты для всех образцов, кроме чистой матрицы, вид экспериментальных кривых представлен на Рис. 15 и Рис. 16 в более узком диапазоне частот. Как видно из рисунков, частотные зависимости не отличаются по своему характеру для всех исследуемых образцов, наибольшее активное сопротивление при любой отдельно взятой частоте имеет образец с наполнителем NdFeB, сопротивление образца с наполнителем Ni превышает сопротивление образца с наполнителем Fe до частоты 2КГц, после чего кривые пересекаются, и ситуация меняется на противоположную.

Частотное исследование образцов проводилось с целью выбора оптимальной частоты тока для последующих измерений. Такая частота искалась в области, где значения сопротивления достаточно велики, чтобы наглядно наблюдать возможные эффекты, и при этом не меняются значительно при малых вариациях частоты.

На Рис. 6 приведены выкладки, обосновывающие выбор рабочей точки. Оптимальной для измерений было решено выбрать частоту 3кГц. На этой частоте активное сопротивление образцов составляет еще сотни кОм, в то время как производная активного сопротивления по частоте составляет примерно 250 Ом/Гц, в то время как эта же производная на частотах порядка 1кГц составляет 6460 Ом/Гц, что на порядок больше.

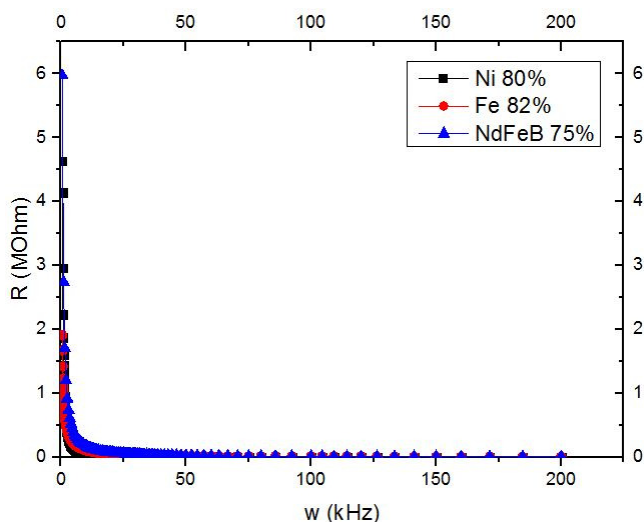


Рисунок 15 – зависимость активного сопротивления образцов Ni 80%, Fe 82% и NdFeB 75% от частоты тока в диапазоне 0,5-200 КГц

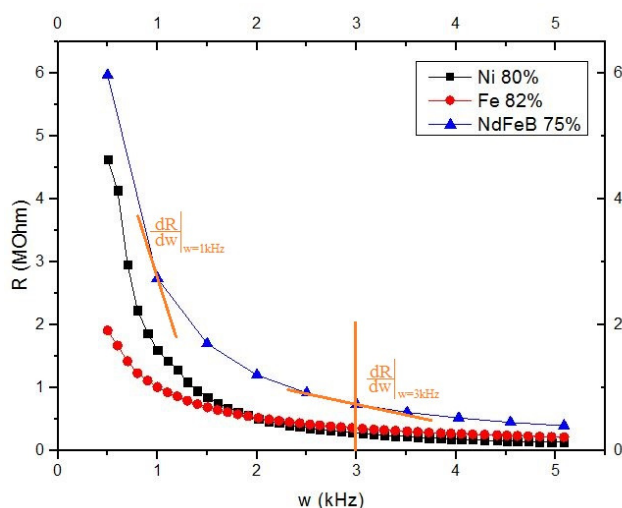


Рисунок 16 – зависимость активного сопротивления образцов Ni 80%, Fe 82% и NdFeB 75% от частоты тока в диапазоне 0,5-5 КГц

2.3 Описание образцов

В данной работе исследовались изотропные МРЭ на основе силиконовой матрицы с различными наполнителями – Ni, Fe и NdFeB. Концентрация магнитных частиц в матрице для Ni составляла – 80%, для Fe – 82%, для NdFeB – 75%. Внешний вид образцов представлен на Рис. 17., их сравнительные характеристики предоставлены в Таблице 1.

Образцы были изготовлены в ГНИИ ХТЕОС (Химии и Технологии Элемента Органических Соединений)



Рисунок 17 – внешний вид исследуемых образцов

Образец	Наполнитель	Концентрация, %
1	-	-
2	Ni	80
3	Fe	82
4	NdFeB	75
Таблица 1 – сравнительные характеристики образцов		

Магнитные свойства образцов, имеющих аналогичную структуру к исследуемым, измерялись ранее на VSM фирмы Lake-Shore и представлены на Рис. 18 для образцов с наполнителем Fe в различных концентрациях. Из аналогичных исследований была найдена коэрцитивная сила образца с наполнителем NdFeB, составляющая 2850 Э, а также его намагниченность насыщения – 120 emu/g. Для железа в максимальной из представленных концентрации (78%) коэрцитивная сила равнялась 32 Э, а намагниченность насыщения – 150 emu/g.

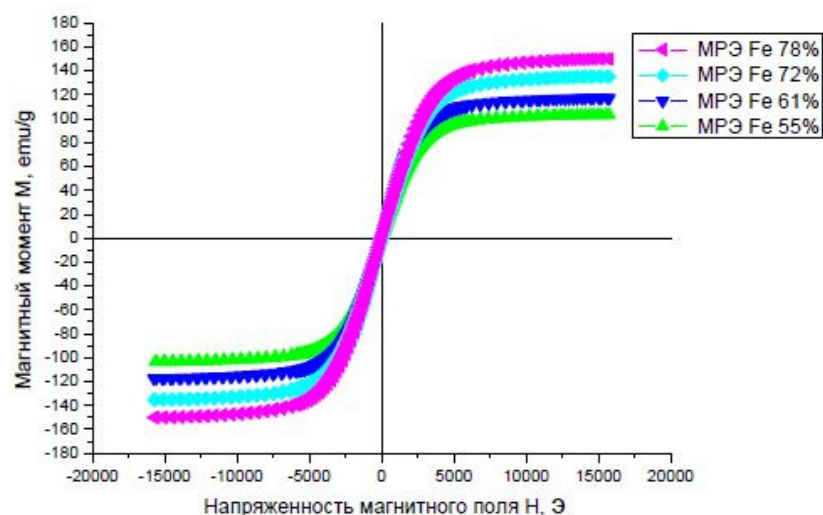


Рисунок 18 – зависимости магнитного момента образцов от напряженности магнитного поля

В первую очередь, чтобы проверить, что магнитные свойства матрицы пренебрежимо малы по сравнению с магнитными свойствами её наполнителей, было проведено исследование чистой силиконовой матрицы (без наполнителей). Магнитные свойства измерялись на VSM фирмы Lake-Shore в диапазоне полей, в дальнейшем использовавшимся для измерений, результаты исследования приведены на Рис. 19. Как видно из рисунка, матрица является диамагнитной, намагниченность в полях до 6 КЭ не превышает 0,1 ему/г.

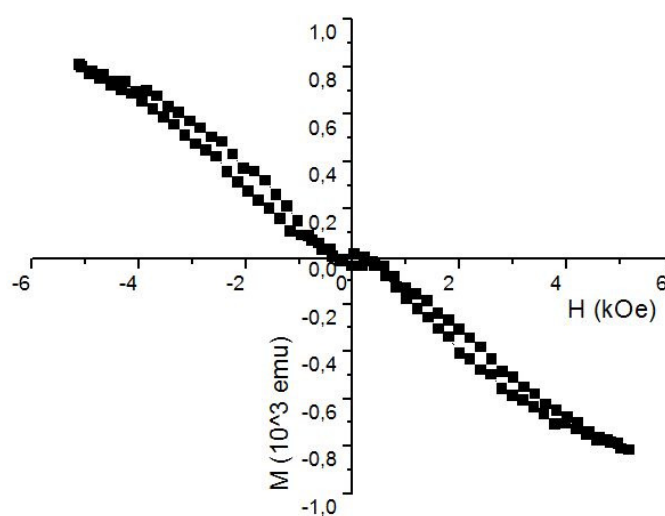


Рисунок 19 – зависимость магнитного момента чистой матрицы от напряженности магнитного поля

Глава 3. Результаты и их обсуждение

Используя созданную установку для исследования транспортных свойств упругих МРЭ были проведены следующие исследования: для образца с частицами Ni были исследованы частотные зависимости активного и реактивного сопротивления в нулевом поле; для образцов с наполнителями Fe и NdFeB были измерены частотные зависимости активного и реактивного сопротивления, а также их зависимости от величины внешнего магнитного поля, а также от деформации образца.

Для образца Fe 82% была снята зависимость активного сопротивления от напряженности магнитного поля в диапазоне полей от 0 до 6 КЭ. Образец был предварительно размагничен. Величина эффекта изменения активного сопротивления образца в магнитном поле вычислялась по формуле:

$$MR = \frac{R(H) - R_0}{R_0} \times 100\%$$

Результат измерения приведен на Рис. 20. На Рис. 21 для сравнения приведён аналогичный результат для чисто ферромагнитного вещества $Ni_{77}Fe_5Cr_{18}$. [12]

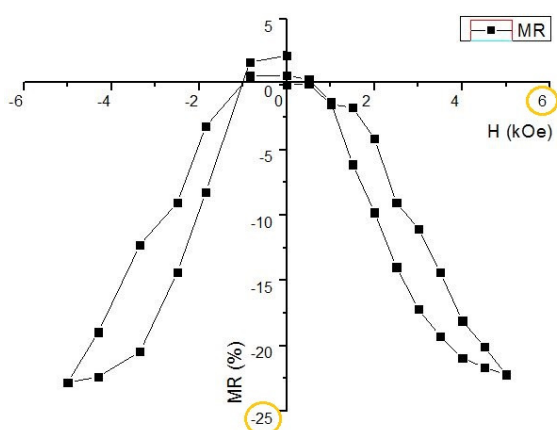


Рисунок 20 – зависимость MR образца Fe 82% от напряженности магнитного поля

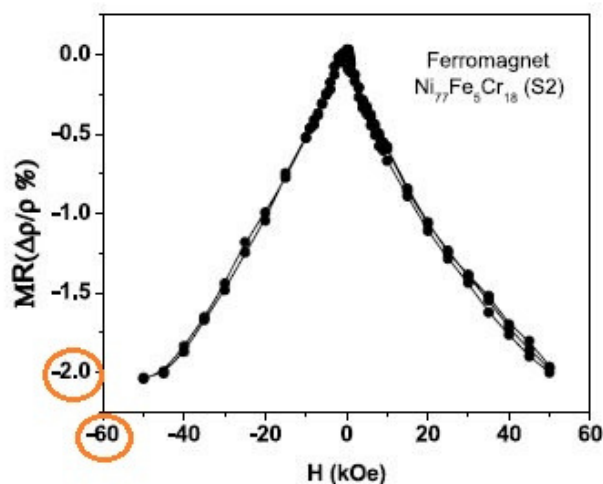


Рисунок 21 – зависимость MR $Ni_{77}Fe_5Cr_{18}$ от напряженности магнитного поля [12]

Как видно из рисунка, для вещества $\text{Ni}_{77}\text{Fe}_5\text{Cr}_{18}$ эффект изменения сопротивления в магнитном поле порядка 2% был получен в полях напряженностью порядка 60 КЭ, в то время как на нашем образце магнитосопротивление величиной порядка 20% было получено в поле 5 КЭ, что позволяет говорить о возрастании чувствительности к изменению поля в 100 раз. Недостатком же использования МРЭ в качестве рабочего вещества для подобных исследований является наблюдаемый гистерезис магнитосопротивления, вероятно связанный с упругим взаимодействием наполнителя и матрицы. Для твёрдого ферромагнетика $\text{Ni}_{77}\text{Fe}_5\text{Cr}_{18}$ гистерезис не наблюдался.

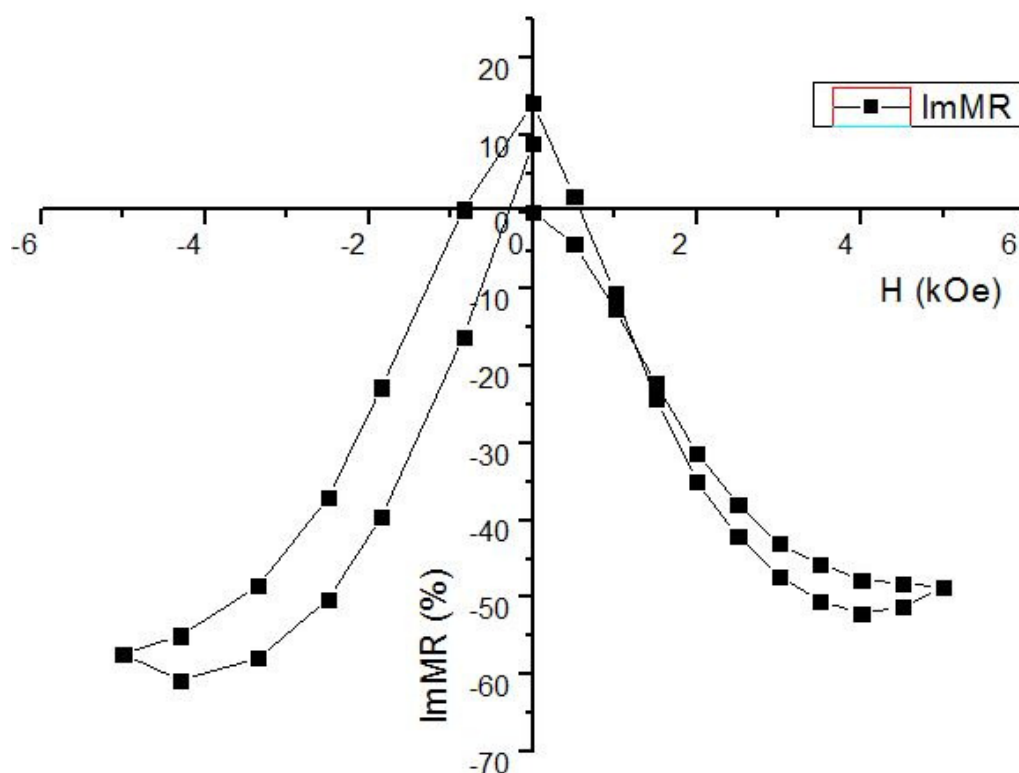


Рисунок 22 – зависимость реактивного MR образца Fe 82% от напряженности магнитного поля

На Рис. 22 представлена зависимость изменения реактивного сопротивления образца 3 в магнитном поле. Значение реактивного магнитосопротивления в процентах вычислялось по формуле, аналогичной активному магнитосопротивлению.

Как видно, реактивное магнитосопротивление, как и активное, имеет гистерезисный характер полевой зависимости, кроме того, появляется некоторое запаздывание в изменении сопротивления при уменьшении напряженности поля от максимального значения в сторону минимального. Эффект в полях около 5 кЭ составляет 60%, что ещё в 3 раза превышает значения, полученные для активного магнитосопротивления.

Образец NdFeB 75% был исследован на предмет зависимости его активного и реактивного сопротивления от деформации сжатия. Деформация сжатия достигалась уменьшением расстояния между подвижными обкладками конденсатора (Рис. 12). Снималась зависимость сопротивления образца от напряженности магнитного поля для недеформированного образца, а также после его сжатия на 20% и 30%. Перед каждым последующим измерением образец был заново размагничен.

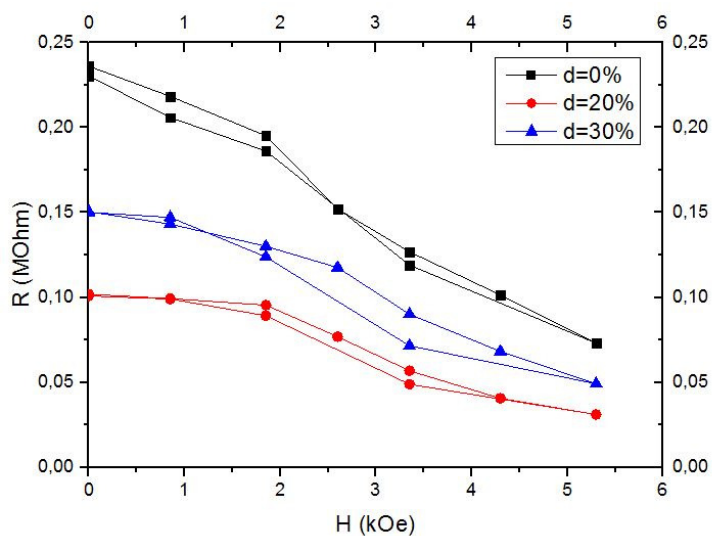


Рисунок 23 – зависимость активного сопротивления образца NdFeB 75% от напряженности магнитного поля при 3 различных деформациях сжатия

График, иллюстрирующий изменение активного сопротивления образца 4 при различных деформациях сжатия представлен на Рис. 23. Как видно, деформация уменьшает значение активного сопротивления, но это уменьшение не монотонно. Деформация в 20% понижает сопротивление более, чем в 2 раза,

но последующее сжатие до 30% увеличивает его в полтора раза. На Рис. 24 представлена та же зависимость, но нормированная на сопротивление в нулевом поле. Из графика видно, что, несмотря на значительное влияние деформации на величину активного сопротивления, её влияние на магнитосопротивление пренебрежимо мало по сравнению с величиной эффекта. Стоит заметить, что изменение активного сопротивления образца 4 в магнитном поле в 3 раза больше, чем его изменения для образца 3 и составляет почти 70%.

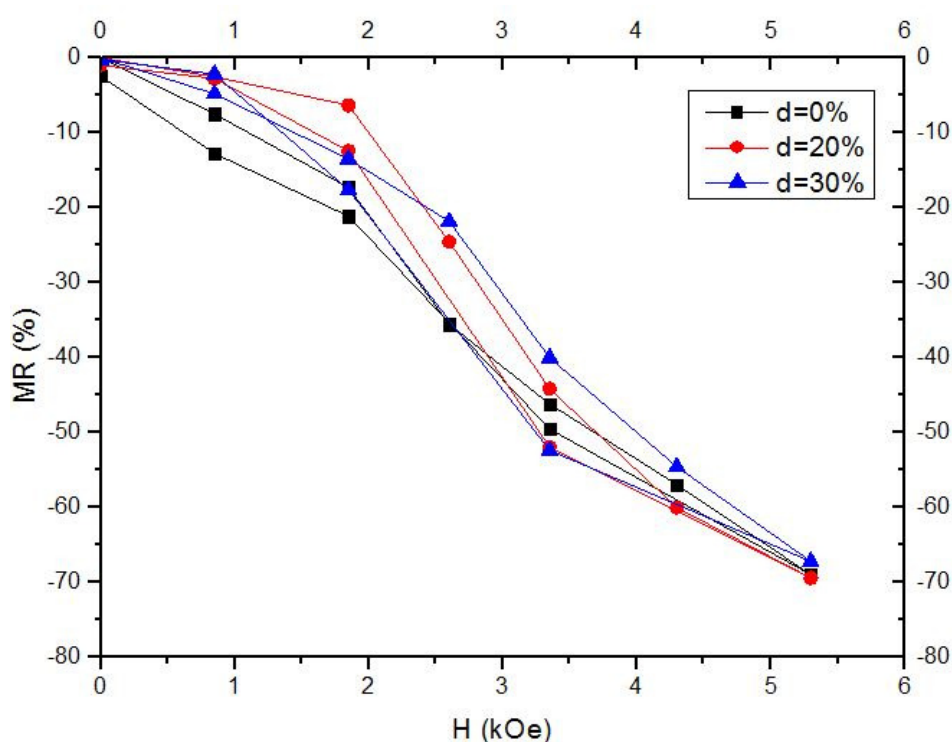


Рисунок 24 – зависимость MR образца NdFeB 75% от напряженности магнитного поля при 3 различных деформациях сжатия

На Рис. 25 приведена зависимость реактивного магнитосопротивления образца 4 от напряженности магнитного поля. В отличие от аналогичных кривых для активного сопротивления, в данном случае наблюдается заметное различие величины эффекта от деформации сжатия образца. Зависимость снова имеет немонотонный характер, эффект максимален для деформации в 20% и

составляет порядка 22%, минимальное же значение наблюдается при деформации в 30% и составляет порядка 18%.

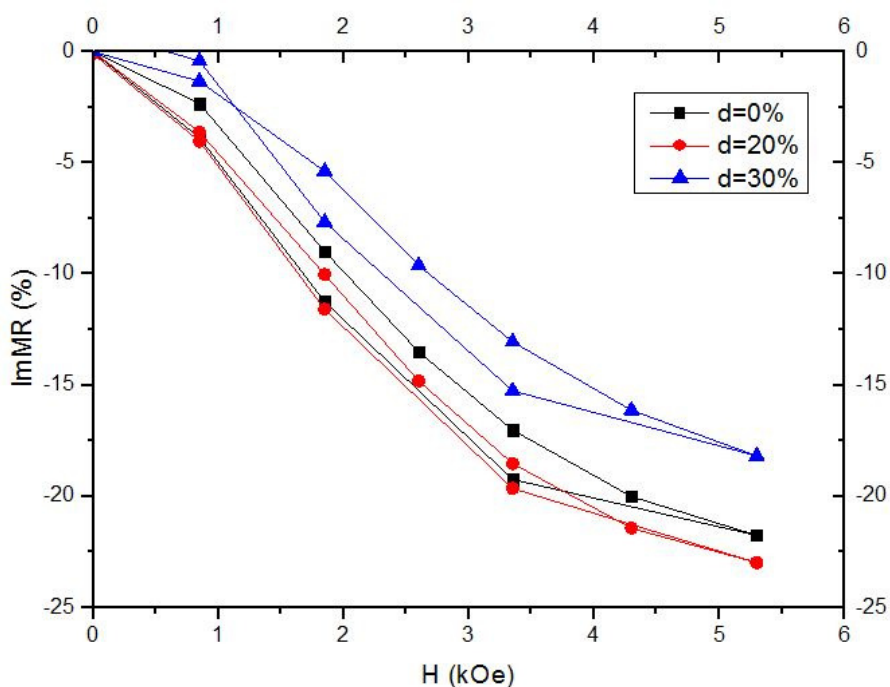


Рисунок 25 – зависимость реактивного MR образца NdFeB 75% от напряженности магнитного поля при 3 различных деформациях сжатия

На Рис. 26 и 27 наглядно представлено изменение значений начального сопротивления образца 4 в нулевом поле и размагниченном состоянии при различных деформациях сжатия. На Рис. 26 представлена зависимость активного сопротивления образца, на Рис. 27 – модуля реактивного сопротивления, так как его значения отрицательны. Очевидно, что характер зависимости одинаков, различие наблюдается непосредственно в величинах сопротивления (примерно на порядок реактивное больше активного).

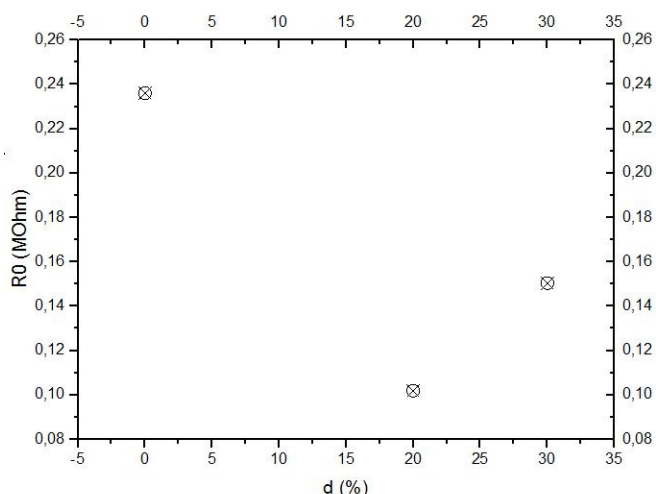


Рисунок 26 – зависимость начального активного сопротивления образца NdFeB 75% от деформации сжатия в процентах

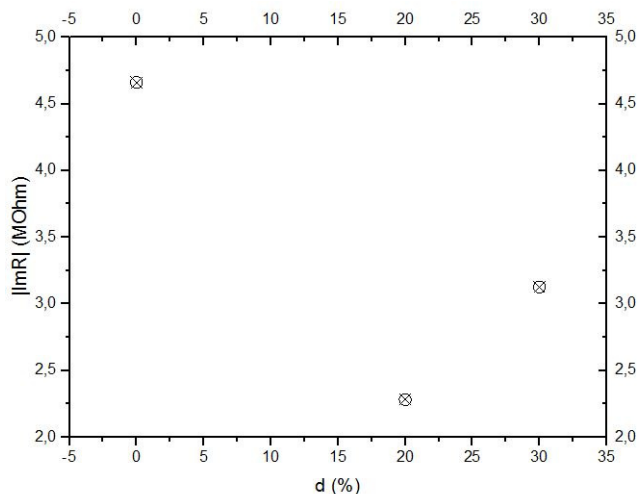


Рисунок 27 – зависимость модуля начального реактивного сопротивления образца NdFeB 75% от деформации сжатия в процентах

Деформация сжатия, %	Начальное активное сопротивление, МОм	Начальное реактивное сопротивление, МОм	Активное MR _{max} , %	Реактивное MR _{max} , %
0	0,236	4,66	69,0	21,7
20	0,1	2,38	69,5	22,9
30	0,15	3,13	67,3	18,2

Таблица 2 – изменение параметров образца NdFeB 75% под деформацией сжатия

Образец	Активное MR _{max} , %	Реактивное MR _{max} , %
3	22,2	60,7
4	69,0	21,7

Таблица 3 – сравнение величин максимального активного и реактивного магнитосопротивления для образцов Fe 82% и NdFeB 75%

Основные результаты и выводы.

1. Разработана методика измерения электротранспортных свойства магнитореологических эластомеров, модифицирована экспериментальная установка, ранее использовавшаяся для измерения диэлектрической проницаемости аналогичных образцов.
2. Для исследования сопротивления МРЭ на переменном токе необходимо учитывать частотную зависимость импеданса измерительного узла и работать на оптимальной частоте. Выбрана оптимальная частота измерения активного и реактивного сопротивления образцов путём теоретического и экспериментального исследования зависимости импеданса от частоты тока.
3. Получены зависимости активного и реактивного сопротивления образцов с наполнителями Fe и NdFeB от величины внешнего магнитного поля. В МРЭ с большой концентрацией наполнителя (порядка 80%) наблюдается изменение сопротивления порядка 25% (для Fe) и 70% (для NdFeB) в полях порядка 5 КЭ, что на 2 порядка больше, чем аналогичный эффект в сплошном ферромагнетике и на порядок больше, чем магнитосопротивление твёрдого магнитного композита. Полевая зависимость активного и реактивного сопротивления имеет гистерезисный характер, предположительно связанный с упругими свойствами матрицы.
4. Получены зависимости активного и реактивного сопротивления образца с наполнителем NdFeB от величины деформации сжатия образца во внешнем магнитном поле. Деформация сжатия уменьшает по модулю как активное, так и реактивное сопротивления МРЭ, но зависимость от степени сжатия немонотонна. При этом изменения магнитосопротивления для активной части не наблюдается.

Список использованной литературы

1. Кербер М. Л., Полимерные композиционные материалы. Структура. Свойства. Технологии. — СПб.: *Профессия*, 2008. — 560 с.
2. J. D. Carlson и M. R. Jolly, «MR Fluid, foam and elastomer devices» *Mechatronics*, 10, pp. 555-569, 2000
3. J. D. Carlson, D. M. Catanzarite и K. A. & St. Clair, «Commercial magnetorheological fluid devices» *International Journal of Modern Physics B*, т. 10, 23n24, pp. 2857-2865, 1996
4. J. Rabinov, «The magnetic fluid clutch» *AIEE Transactions*, т. 67, pp. 1308-1315, 1948
5. G. Y. Zhou, «Shear properties of a magnetorheological elastomer» *Smart Materials and Structures*, 12, pp. 139-146, 2003
6. M. Farshad и M. Le Roux, «Compression properties of magnetostrictive polymer composite gels» *Polymer testing*, 24, pp. 163-168, 2005
7. J. M. Ginder, S. M. Clark и W. F. Schlotter, «Magnetostrictive phenomena in magnetorheological elastomers» *International Journal of Modern Physics B*, т. 10, 17n18, pp. 2412-2418, 2002
8. A. S. Semisalova, N. S. Perov, G. V. Stepanov, E. Y. Kramarenko и A. R. Khokhlov, «Strong magnetodielectric effects in magnetorheological elastomers» *Soft Matter*, т. 9, 47, pp. 11318-11324, 2013
9. CRC Handbook of Chemistry and Physics, 92nd Edition. — Ed. William M. Haynes. — 2011
10. Oliver Heaviside. The Electrician. P. 212; 23 July 1886 *reprinted as Electrical Papers*, p64
11. С. В. Вонсовский, Магнетизм, *Главная редакция физико-математической литературы издательства «Наука»*, стр. 925-940, 1971
12. Pampa Pal, A. K. Majumdar и A. K. Nigam, «Probing exotic magnetic phases and electrical transport in Cr-rich gamma-NiFeCr alloys» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 381, pp. 297-309, 2015

13. Эфрос А.Л. *Физика и геометрия беспорядка. (Библиотечка "Квант", выпуск 19)* — М.: Из-во «Наука», 1982. — 176 с.
14. Yinbo Fan, Caiping Zhang, Xaiobo Du, Chanui Wen, Hongan Ma и Xiaopeng Jia, «Enhanced magnetoresistance in half-metallic CrO₂-TiO₂ composites» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 335, pp. 105-108, 2013
15. O. V. Stognei, Y. E. Kalinin, I. V. Zolotukhin, A.V. Sitnikov, V. Wagner и F. J. Ahlers, «Low temperature behaviour of the giant magnetoresistivity in CoFeB-SiO_n granular composites» *Journal of Physics of Condensed Matter*, 15, pp. 4267-4277, 2003
16. J. M. Ginder, M. E. Nichols, L. D. Elie и J. L. Terdiff, «Magnetorheological elastomers: properties and applications» *Proceeding of SPIE*, т. 3675, pp. 131-138, 1999
17. M. R. Jolly, J. D. Carlson, B. C. Munoz и T. A. Bullions, «The magnetoviscoelastic response of elastomers composites consisting of ferrous particles embedded in a polymer matrix» *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 7, pp. 613-622, 1996
18. M. Lokander и B. Stenberg, «Performance of isotropic magnetorheological rubber materials» *Polymer Testing*, 3, pp. 245-251, 2002
19. I. Bica, «The influence of the magnetic field on the elastic properties of anisotropic magnetorheological elastomers» *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, т. 18, 5, pp. 1666-1669, 2012
20. I. Bica, «Influence of magnetic field upon the electric capacity of a flat capacitor having magnetorheological elastomer as a dielectric» *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, т. 15, 4, pp. 605-509, 2009
21. I. Bica, Y. D. Liu и H. J. Choi, «Magnetic field intensity effect on plane electric capacitor characteristics and viscoelasticity of magnetorheological elastomers» *Soft Matter*, т. 9, 47, pp. 11318-11324, 2013