

УДК 677.027.42

Я.В. РЕДЬКО, О.В. РОМАНКЕВИЧ, О.Б. БРИК

Київський національний університет технологій та дизайну

ДОСЛІДЖЕННЯ МАГНІТНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ВОЛОКНИСТИХ МАТЕРІАЛІВ, ЩО МІСТЯТЬ НАНОЧАСТИНКИ МАГНЕТИТУ

В роботі представлена можливість розроблення методу вимірювання магнітних характеристик волокнистого матеріалу, який містить наночастинки магнетиту. Визначено величини намагніченості насичення наномагнетиту як у волокнистому матеріалі, так і у чистому вигляді. Показано, що експериментальне порівняння магнітних характеристик синтетичних волокнистих матеріалів з магнітними характеристиками порошкоподібних зразків дозволяє оцінити вміст наночастинок магнетиту у створеному магнітному волокнистому матеріалі.

Ключові слова: *волокнистий матеріал, наночастинки магнетиту, намагніченість насичення.*

Загальні теорії створення дисперсій наночастинок, гетерокоагуляції наночастинок на поверхні мають якісний характер, що не дозволяє визначати параметри нанотехнологій: створення нанодисперсій магнітних частинок і їх гетерокоагуляція на поверхні волокнистого матеріалу з утворенням шару, стійкого до зовнішніх впливів. Наносистемам з магнітними частинками приділяється велика увага, але процесам одержання магнітних волокон на основі синтетичних волокон з використанням нанотехнологій присвячені поодинокі роботи [1], в яких описуються позитивні результати при використанні магнітних волокон, наприклад, в одязі. Нанесення магнітних шарів на натуральні волокнисті матеріали (вовна, кетгут) без руйнування їх структури можливо методом гетерокоагуляції [2], оскільки інші методи отримання магнітних волокон з полімерних матеріалів включають операцію введення магнітних частинок на стадії формування волокон.

В зв'язку з цим в роботах [3, 4] проведено дослідження процесу опорядження волокнистого матеріалу наночастинками магнетиту з розмірами менше 100 нм шляхом їх гетерокоагуляції, що дозволило наносити на поверхню волокон компоненти, які надають волокнистим матеріалами важливі для технічних областей властивості. Розроблений матеріал має ряд спеціальних властивостей, пов'язаних з технологічністю і функціональним призначенням, наприклад, з виготовленням бар'єрної одягу для захисту людини від електромагнітних полів, отриманням волокон медичного призначення, що, безсумнівно, підкреслює актуальність застосування створених магнітних волокнистих матеріалів. Однак, не досліджено питання визначення магнітних характеристик для композиції наномагнетит-волокнистий матеріал.

Об'єкти та методи дослідження

Для дослідження використано зразок поліамідного волокнистого матеріалу, на поверхні якого було осаджено наночастинки синтетичного магнетиту за механізмом гетерокоагуляції із застосуванням нанотехнологій [3, 4]. Крім зразка волокнистого матеріалу з магнетитом, нами було визначено також магнітні характеристики порошку наномагнетиту, синтезованого без волокна за тією ж самою технологією. *Методика вимірів.* Дослідження магнітних характеристик зразків були виконані за допомогою магнітометра з датчиками Хола, який призначений для вимірювання параметрів петлі гістерезису порошкових матеріалів. Виміри параметрів кривих намагнічення та петель гістерезису відбуваються у розімкненому магнітному ланцюгу. Зразок, що досліджують, у формі циліндра вводять у міжполюсний простір електромагніту. У безпосередній близькості від зразка розташована диференційна

пара перетворювачів Хола, магнітні вісі яких зорієнтовані паралельно вектору зовнішнього магнітного поля електромагніту. При такій орієнтації вимірювальних перетворювачів, вони не реагують на зовнішнє поле, а виникнення вимірювального сигналу пов'язано лише з нормальною до зовнішнього поля компонентою поля розсіювання зразка, яка прямо пропорційна величині його магнітного моменту. Вимірювання величини зовнішнього поля відбувається за допомогою окремого перетворювача Хола. Сигнали перетворювачів поля зразка та зовнішнього магнітного поля подаються на входи масштабуючих підсилювачів, які передають інформацію до АЦП та ПК. При цьому, оскільки перетворювачі Хола є значочутливими вимірювачами величини поля, схема забезпечує реєстрацію залежності величини магнітного моменту зразка від зовнішнього магнітного поля у всіх чотирьох квадрантах петлі гістерезису. Для визначення абсолютної величини магнітного моменту (намагніченості), які досліджуються, виконують калібровку за еталонним зразком з відомою намагніченістю насичення, за умови, що його форма (розміри та маса) дорівнюють розмірам зразка, що досліджується. Зазвичай, як еталонний зразок використовують чистий металічний нікель, намагніченість насичення якого визначена з високою точністю ($54,4 \cdot \text{A} \cdot \text{m}^2/\text{кг}$ при кімнатній температурі).

Будова та принцип дії магнітометра. На рис. 1 показана схема розташування зразка та перетворювачів Хола (ПХ) в зазорі електромагніту. ПХ2 вимірює поле електромагніту, а ПХ3 та ПХ4 розташовані так, що не реагують на поле електромагніту, а вимірюють тільки поле намагніченості зразка. Точна юстировка ПХ3 і ПХ4 здійснюється за допомогою мікрогвинтів. Принцип дії магнітометра пояснює рис. 2.

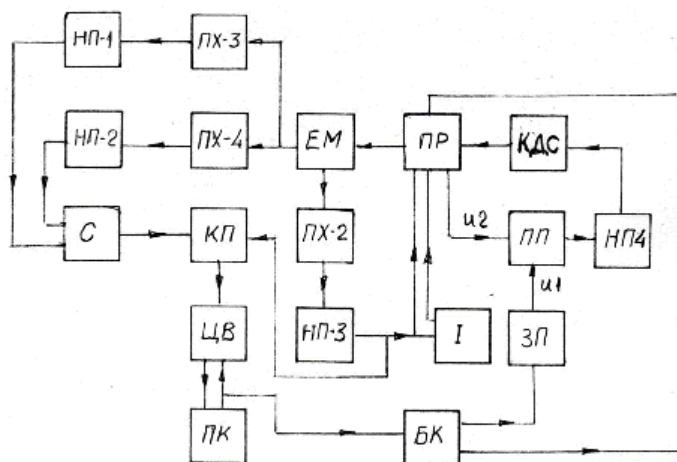


Рис. 1. Функціональна схема магнітометра:

ЕМ – електромагніт; **ПР** – перемикач; **КДС** – кероване джерело струму; **ПХ** – перетворювач Хола; **НП** – нормуючий підсилювач; **ПП** – пристрій порівняння; **С** – суматор; **КП** – комутуючий пристрій; **ЦВ** – цифровий вольтметр; **ПК** – персональний комп'ютер; **БК** – блок керування; **І** – інвертор; **ЗП** – датчик поля електромагніту

Установка поля в кожній точці вимірювання здійснюється автоматичною системою слідкування за датчиком поля. Датчик поля ЗП встановлює на вході пристрою порівняння ПП напругу U_1 . На другий вхід ПП подається напруга U_2 пропорційна напруженості поля електромагніту, яке вимірюється перетворювачем Хола ПХ2 та підсилюється НП3 і поступає на перемикач ПР та інвертор І. З інвертора напруга подається на ПР. В залежності від положення перемикача ПР напруга U_2 буде мати необхідну

полярність. З виходу пристрою порівняння ПП напруга $U=U_1-U_2$ підсилена підсилювачем НП4 подається на вхід керованого джерела струму КДС вихід якого через перемикач ПР підключений до котушок електромагніту ЕМ. Таким чином струм ЕМ та його поле зростатимуть поки U_1 і U_2 приблизно зрівняються, що буде відповідати заданому полю з заданою похибкою (П 3.7). Напруга з НП3 подається на комутатор КП і далі на цифровий вольтметр ЦВ який з'єднаний з комп'ютером ПК який заносить у відповідний файл показання ЦВ а також подає команду на блок керування БК. Останній керує ЗП та ПР. Напруга з ПХ3 і ПХ4 через підсилювачі НП1 і НП2 подається на суматор С і далі на ЦВ в режимі запису намагніченості зразка.

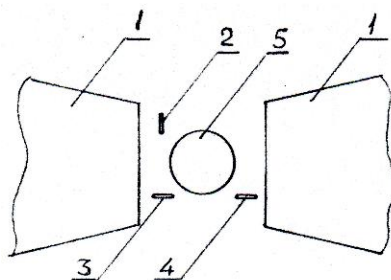


Рис. 2. Схема розташування перетворювача Хола та зразка в зазорі електромагніту:
1 – полюси електромагніту; 2 – ПХ вимірюючий поле електромагніту; 3, 4 – ПХ вимірююче поле намагніченості зразка; 5 – зразок магнітного волокнистого матеріалу (авторська розробка)

Технічні дані магнітометра.

1. Джерело магнітного поля – електромагніт с прямокутними полюсними кінцівками.
2. Робочий зазор електромагніту – 14 мм.
3. Максимальна напруженість магнітного поля в робочому зазорі – 0,45 Тл.
4. Первинний перетворювач магнітного поля в зазорі електромагніту – перетворювач Хола типу ПХЕ.
5. Первинні перетворювачі магнітного поля, створеного зразком – перетворювачі Хола типу WHE 101B.
6. Зміна поля електромагніту здійснюється дискретно: з інтервалом 6 та 30 мТл.
7. Установка поля в кожній точці вимірювання здійснюється автоматичною системою слідкування за задатчиком поля з точністю $\pm 0,2$ мТл.
8. Похибка вимірювання поля намагніченості зразка $\pm 0,02$ мТл.
9. Перемикання поля електромагніту та його запис у відповідний файл здійснюється автоматично за допомогою ПК та програми «VOLT». Таким же чином здійснюється запис поля намагніченості зразка.
10. Живлення електромагніту здійснюється керованим джерелом струму ТЕС 5828.

Постановка завдання

Мета роботи – розроблення методу вимірювання магнітних характеристик магнітного волокнистого матеріалу синтетичного походження, визначення величини намагніченості насичення та вмісту наночастинок магнетиту у волокнистому матеріалі.

Результати та їх обговорення

Виготовлення зразків волокнистого матеріалу з наночастками магнетиту, які придатні для вимірів магнітних характеристик на вищеописаному магнітометрі, являє собою складну задачу. Нами розроблено попередню методику підготовки зразків для вимірів. За допомогою пресування та фіксації форми нами було виготовлено циліндричний зразок волокнистого матеріалу з магнетитом, придатний для вимірів на магнітометрі. Маса зразка магнітного волокнистого матеріалу дорівнювала приблизно 80 мг. Для цього зразку на магнітометрі була визначена крива намагніченості яка представлена на рис. 3.

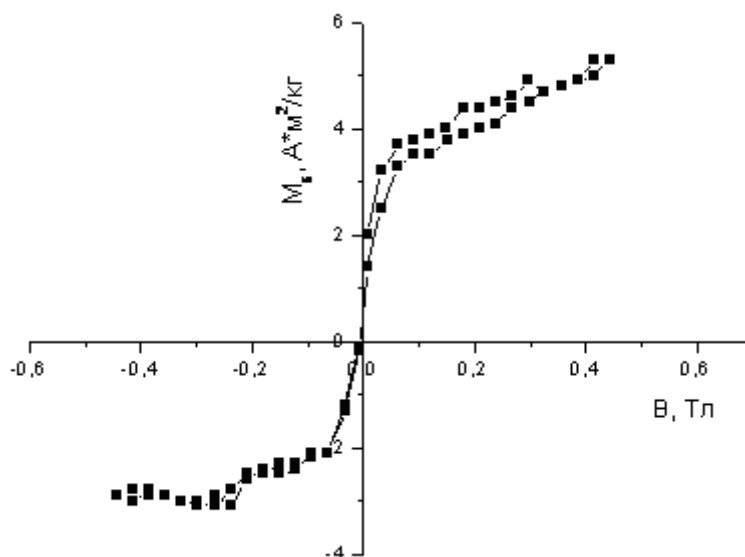


Рис. 3. Крива намагніченості зразку поліамідного волокнистого матеріалу, на поверхні якого осаджено наномагнетит за механізмом гетеро коагуляції
(авторська розробка)

Як можна бачити з цього рисунку намагніченість насичення для дослідженого зразка дорівнює приблизно $4,8 \cdot A \cdot m^2 / kg$. Вигляд кривої, що представлена на рис. 3, значно відрізняється від класичних кривих намагнічування. Це може бути обумовлено складним фазовим складом мінеральних частинок дослідженого зразку, малим значенням його намагніченості насичення або особливостями підготовки зразка волокнистого матеріалу для досліджень.

Нами була досліджена також крива намагнічування порошкоподібного синтетичного зразку, який був отриманий без волокнистого матеріалу. Ця крива представлена на рис. 4.

Відповідно до даних, що наведено на цьому рисунку, намагніченість насичення отриманого нами синтетичного порошку дорівнює приблизно $60 \cdot A \cdot m^2 / kg$.

Слід відзначити, що намагніченість добре закристалізованих макроскопічних зразків магнетиту дорівнює $92 \cdot A \cdot m^2 / kg$, що суттєво відрізняється від значення намагніченості досліджених синтетичних зразків.

Різниця в значеннях намагніченості насичення синтетичних порошків та макроскопічного магнетиту може бути обумовлена багатьма факторами.

Найбільш ймовірними серед яких є наявність інших, крім магнетиту, мінеральних фаз в синтетичних порошках, наприклад, маггеміту, гематиту та гетиту, малий розмір частинок, а також

низький ступень кристалічної решітки синтетичних зразків. Хоча намагніченість досліджених порошкоподібних синтетичних зразків є меншою, ніж намагніченість добре заскристалізованих макроскопічних зразків магнетиту, вона є досить великою, тому синтезовані порошки ми умовно будемо називати магнетитом.

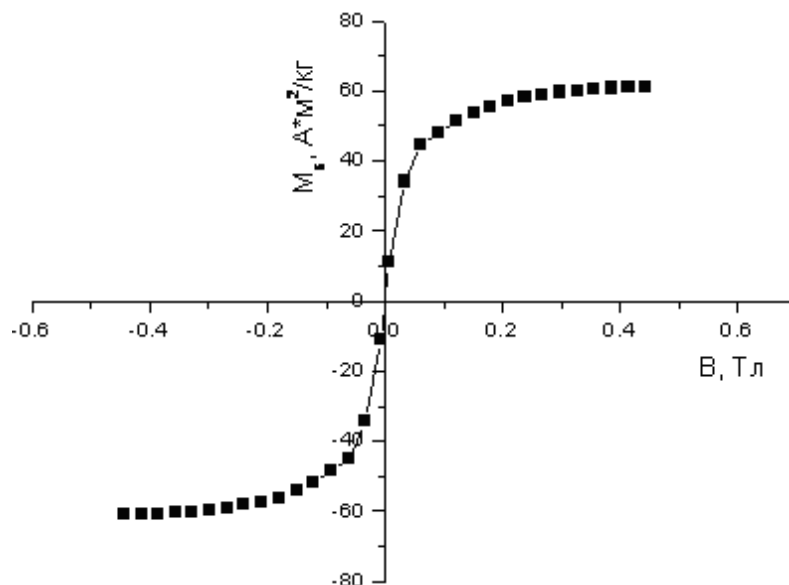


Рис.4. Крива намагнічування порошкоподібного зразка синтетичного магнетиту
(авторська розробка)

Виходячи з порівняння магнітних характеристик волокнистих матеріалів з магнітними характеристиками порошкоподібних зразків, припускаючи що магнітні характеристики мінеральних частинок в волокнистих матеріалах та в порошках є однаковими (аналогічний метод синтезу), можна оцінити вклад магнетиту у вагу досліджених волокнистих матеріалів. Ці оцінки показують, що вклад магнетиту в вагу волокнистого матеріалу складає приблизно 8 %.

Висновки

Кількісне визначення магнітних характеристик волокнистих матеріалів, на які осаджено магнітні наночастинки, є складною та нетривіальною задачею.

Наведена вище методика, незважаючи на наявність багатьох припущень та методичних труднощів, дозволяє оцінювати магнітні характеристики волокнистих матеріалів, на які осаджено магнітні наночастинки.

Описані вище результати відкривають можливості для розробки більш точних та більш експресних і досконалих методик визначення різних характеристик магнітних волокнистих матеріалів.

Ми вважаємо, що більш досконалі методики дозволять отримувати детальну кількісну характеристику магнітних волокнистих матеріалів, а також кількісно описувати залежність цих характеристик від особливостей технологій осадження волокнистих матеріалів різного типу.

Досліджено магнітні характеристики волокнистого матеріалу, отриманого в результаті реалізації розробленої нанотехнології створення магнітного матеріалу з використанням механізму гетерокоагуляції [3,4], які свідчать що магнітні волокнисті матеріали технологічно прийнятні для виготовлення дослідного зразка захисного костюму.

Список використаної літератури

1. Губин С.П., Кокшаров Ю.А., Хомутов Г.Б., Юрков Г.Ю.. Магнитные наночастицы: методы получения, строение и свойства // Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук. – М.: Успехи химии. – 2005. – № 74 (6). – С. 539–574.
2. Байбуртский Ф.С. Магнитные жидкости: способы получения и области применения: Автореф. канд. техн. наук. Институт биохимической физики имени Н.М. Эммануэля РАН. – М.: 2006. – 13 с.
3. Редько Я.В., Романкевич О.В. Исследование получения композиции магнетит-волокно с использованием нанотехнологий / Я.В. Редько // Проблемы легкой и текстильной промышленности Украины – Херсон, Изд-во Херсонского национального технического университета, 2011. – № 2 (18). – С. 28–34.
4. Романкевич О.В., Редько Я.В., Брик А.Б. Гетерокоагуляция дисперсии магнетита на полиамидном волокнистом материале / О.В. Романкевич // Дизайн. Материалы. Технологии. – Санкт-Петербург, Изд-во Санкт-Петербургского национального университета технологий и дизайна, 2012. – № 5 (25). – С. 45–49.

Стаття надійшла до редакції 24.10.2012

Исследование магнитных свойств волокнистых материалов, содержащих наночастицы магнетита

Редько Я.В., Романкевич О.В., Брик А.Б.

Киевский национальный университет технологий и дизайна

В работе представлена возможность разработки метода измерения магнитных характеристик волокнистого материала, который содержит наночастиц магнетита. Определены величины намагниченности насыщения наномагнетита как в волокнистом материале, так и в чистом виде. Показано, что сопоставление магнитных характеристик синтетических волокнистых материалов с магнитными характеристиками порошкообразных образцов позволяет оценить содержание наночастиц магнетита в полученном магнитном волокнистом материале.

Ключевые слова: волокнистый материал, наночастицы магнетита, намагниченность насыщения.

Investigation of magnetic properties of fiber materials, containing of magnetite nanoparticles

Ya. Red'ko, O. Romankevich, A. Bryk

Kyiv National University of Technologies & Design

The paper presents a possibility of developing a method for measuring the magnetic properties of the fiber material, which contains magnetite nanosized. Determine the values of the saturation magnetization of nanomagnetite in fibrous material, and in its pure form. The experimental comparison of the magnetic characteristics of synthetic fiber materials with magnetic properties of powdered samples allows to estimate the content of magnetite nanoparticles in the obtained magnetic fibrous material.

Keywords: fibrous material, magnetite nanoparticles, saturation magnetization.