

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.126.104>**ИЗМЕРЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ СЛАБОМАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ,
СОДЕРЖАЩИХ МАГНИТНЫЕ НАНОЧАСТИЦЫ**

Научная статья

Данилов Г.Е.^{1,*}, Гудошников С.А.²¹ORCID : 0000-0003-2196-2113;¹Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Российская Федерация
²Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н. В. Пушкова Российской академии наук, Троицк, Российская Федерация

* Корреспондирующий автор (geodan[at]spartak.ru)

Аннотация

В данной работе был использован сканирующий магнитометр с магниточувствительным элементом на основе гигантского магнитного импеданса (ГМИ) для исследования черно-белого тонерного материала для лазерного принтера. ГМИ датчик представляет собой отрезок тончайшего микропровода, диаметром 10 микрон, изготовленного из специального аморфного ферромагнитного сплава CoFeCrSiB. В качестве образцов использовались полосы черного тонера размером 1,6×5 мм, 1,6×20 мм и 5,6×20 мм, намагниченные в перпендикулярном магнитном поле. Разработана методика высокоточного определения остаточного магнитного момента перпендикулярно намагниченного прямоугольного тонкого слоя магнитного вещества с известными размерами с помощью ГМИ-магнитометра. Для определения основных параметров данного метода – чувствительности по магнитному полю и пространственного разрешения, были проведены измерения магнитных полей, порождаемых прямыми однопроводной и двухпроводной линиями с током. Магнитные сигналы однопроводной линии позволяют определить высоту сканирования и оценить магнитную чувствительность. Магнитные сигналы двухпроводной линии дают оценку пространственного разрешения сканирующего магнитометра. Результаты показали, что магнитоимпедансный сканирующий магнитометр может измерять локальные магнитные поля образцов тонеров, содержащих микрограммы магнитных наночастиц. Величина остаточного магнитного момента образца тонера, определенная с помощью сканирующего ГМИ магнитометра, является количественной характеристикой магнитных свойств тонера и может использоваться при его идентификации.

Ключевые слова: аморфный ферромагнитный микропровод, магнитоимпедансный датчик, сканирующий магнитометр, магнитный печатный тонер, магнитные наночастицы, остаточная намагниченность.

**A MEASUREMENT OF RESIDUAL MAGNETIC FIELDS OF WEAKLY MAGNETIC MATERIALS CONTAINING
MAGNETIC NANOPARTICLES**

Research article

Danilov G.Y.^{1,*}, Gudoshnikov S.A.²¹ORCID : 0000-0003-2196-2113;¹National University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russian Federation²Pushkov Institute of Terrestrial Magnetism, Ionosphere and Radio Wave Propagation of the Russian Academy of Sciences, Troitsk, Russian Federation

* Corresponding author (geodan[at]spartak.ru)

Abstract

In this work, a scanning magnetometer with a giant magnetic impedance (GMI)-based magnetosensitive element was used to examine black and white toner material for a laser printer. The GMI sensor is a section of the thinnest microwire, 10 micrometers in diameter, made of a special amorphous ferromagnetic alloy CoFeCrSiB. Black toner strips of 1,6×5 mm, 1,6×20 mm, and 5,6×20 mm magnetized in a perpendicular magnetic field were used as samples. A method for high-precision determination of the residual magnetic moment of a perpendicularly magnetized rectangular thin layer of magnetic matter with known dimensions using a GMI-magnetometer was developed. To establish the main parameters of this method - magnetic field sensitivity and spatial resolution, measurements of magnetic fields generated by straight single-wire and double-wire lines with current were carried out. Magnetic signals of the single-wire line allow determining the scanning height and estimating the magnetic sensitivity. The magnetic signals of the two-wire line provide an evaluation of the spatial resolution of the scanning magnetometer. The results show that the magnetoimpedance scanning magnetometer can measure the local magnetic fields of toner samples containing micrograms of magnetic nanoparticles. The magnitude of the residual magnetic moment of a toner sample determined using a scanning GMI magnetometer is a quantitative characteristic of the magnetic properties of the toner and can be used in its establishment.

Keywords: amorphous ferromagnetic microwire, magnetic impedance sensor, scanning magnetometer, magnetic printing toner, magnetic nanoparticles, residual magnetization.

Введение

Одной из актуальных задач в технологическом процессе производства различных материалов является определение комплекса их физических характеристик. Определение магнитных параметров может дать

дополнительную информацию о свойствах материалов на различных этапах производства. Измерение локальных магнитных полей различных объектов с помощью сканирующих магнитометров является одним из современных методов неразрушающего магнитного контроля. Особенностью этого метода является высокая чувствительность к магнитному полю.

Данная работа посвящена разработке метода контроля малых количеств слабомагнитных материалов, содержащих магнитные наночастицы с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра.

Отличительными особенностями ГМИ-датчика являются малые размеры (единицы мм) и высокая чувствительность по магнитному полю (десятки наноТесла). Для изготовления датчика использовался отрезок аморфного ферромагнитного микропровода с высоким содержанием Со, диаметром металлической жилы $d=10-100$ мкм, покрытый стеклянной оболочкой. Такие микропровода могут демонстрировать гигантский магнитоимпедансный эффект с высоким коэффициентом ГМИ [5], [7], [8], [10].

Обычно для измерения материалов, содержащих небольшое количество магнитных наночастиц, используются высокочувствительные СКВИД-магнитометры [3], [9]. Однако недостатком этого метода является необходимость проведения измерений при температуре кипения жидкого азота. Поэтому перспективным направлением может стать использование более простых сканирующих ГМИ-магнитометров для изучения магнитных свойств материалов с магнитными наночастицами, в том числе тонеров лазерных принтеров. Тонер для лазерных принтеров — это специальный краситель в виде порошка, который используется в электрографических печатных устройствах [2], [6]. Тонер состоит из микрогранул со средним размером от 3 мкм до 10 мкм. В процессе печати микрогранулы порошка тонера спекаются вместе и термически закрепляются на бумаге. Обычно толщина слоя тонера при печати составляет от 3 мкм до 6 мкм, в зависимости от заданного качества печати. Магнитные тонеры для электрографических печатных устройств также содержат до 10% наночастиц оксида железа (магнетита), которые обеспечивают его магнитные свойства [1], [4]. После намагничивания эти наночастицы сохраняют остаточную намагниченность, создавая слабые локальные магнитные поля.

В данной работе показано, что метод сканирующей ГМИ-магнитометрии позволяет получать магнитные изображения образцов тонера, содержащих микрограммы магнитных наночастиц, и находить количественное значение их остаточного магнитного момента. По сравнению с вибрационным магнитометром, сканирующий ГМИ-магнитометр может измерять остаточный магнитный момент образцов тонера с хорошим соотношением сигнал/шум.

Эксперимент

В качестве материала, содержащего магнитные наночастицы оксида железа, использовался тонер черно-белого лазерного принтера HP 2200. Исследуемые образцы были напечатаны на листе бумаги в виде полос с размерами $1,6 \times 5$ мм, $1,6 \times 20$ мм и $5,6 \times 20$ мм.

На сканирующем ГМИ магнитометре проводились измерения остаточных локальных магнитных полей образцов тонеров, после их намагничивания в перпендикулярном магнитном поле $+600$ кА/м.

При измерении локальных магнитных полей с помощью ГМИ-сенсора его конечные размеры могут влиять на получаемый результат. Для выявления особенностей получаемых магнитных данных и нахождения количественных значений измеряемых магнитных полей, были проведены калибровочные измерения магнитных полей токонесущих образцов с известным распределением магнитного поля. В качестве образцов для испытаний в наших экспериментах использовались длинные двухпроводные линии шириной 1,6 мм и 5,6 мм с противоположно направленными токами (2-п линии).

Магнитные поля образцов двухпроводных токовых линий и характеристики сканирующего ГМИ магнитометра

Пусть бесконечная двухпроводная линия лежит в плоскости XY и вытянута вдоль оси Y, с координатами проводов $x = \pm D$, и по проводам текут противоположно направленные токи силой I_0 (рис. 1). Распределение нормальной компоненты магнитной индукции такой системы можно записать в виде:

$$B_z(x, z, \Delta) = 2 \cdot 10^2 I_0 \left(\frac{x-\Delta}{(x-\Delta)^2+z^2} - \frac{x+\Delta}{(x+\Delta)^2+z^2} \right) \quad (1)$$

где магнитная индукция B_z измеряется в наноТеслах, ток I_0 – в миллиАмперах, а расстояния x, z в миллиметрах.

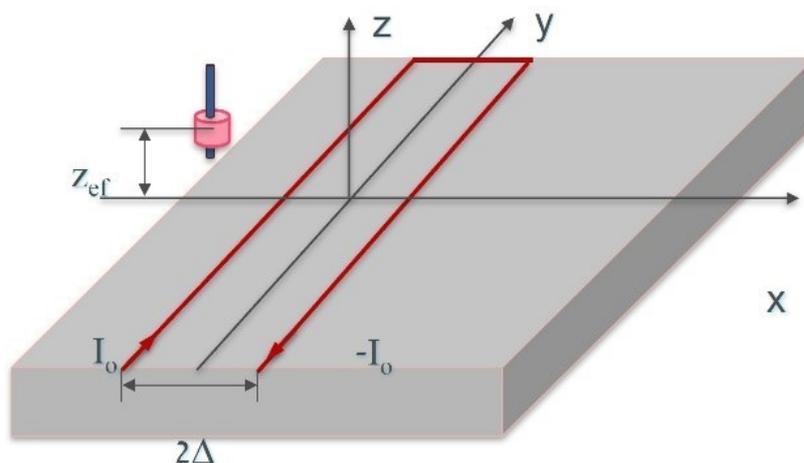


Рисунок 1 - Схема расположения образца двухпроводной токовой линии и ГМИ-датчика

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.126.104.1>

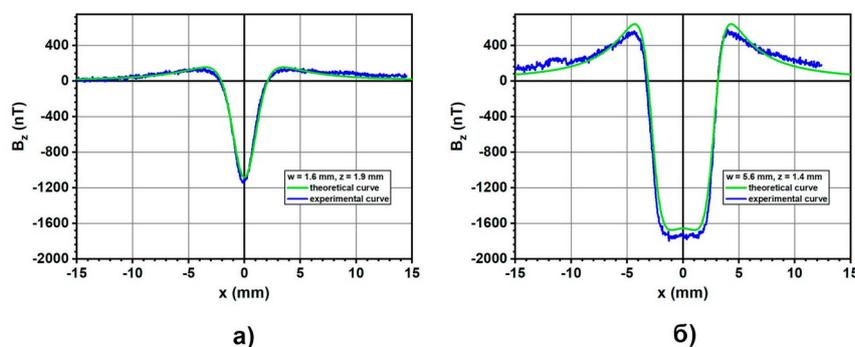
С помощью программы, написанной на языке Python (с использованием библиотек pandas, numpy, matplotlib, tkinter) моделируем распределение нормальной компоненты магнитной индукции от 2-п линии и накладываем его на экспериментальные точки реальной картины распределения магнитной индукции двухпроводной токовой линии.

Программа рассчитывает параметры из (1) таким образом, чтобы теоретическая модель наилучшим образом качественно и количественно совпала с экспериментом. В программе существует возможность менять параметры расчетной кривой вручную с помощью представленных ползунков, тем самым внешний вид теоретической кривой будет меняться в зависимости от изменяемой переменной.

Важно отметить, что порождаемое двухпроводной токовой линией магнитное поле идентично магнитному полю перпендикулярно намагниченного тонкого магнитного слоя таких же размеров. Это означает, что, подбирая ток двухпроводной линии, можно получить токовый аналог перпендикулярно намагниченного образца. По известному току и геометрическим размерам может быть найдена величина магнитного момента образца.

Исходя из полученных расчетных данных и с учетом результатов предварительных измерений, были изготовлены несколько образцов прототипов двухпроводных линий с разным расстоянием 2Δ и длиной 20 мм. Образцы линий были изготовлены из медной проволоки диаметром 0,02 мм. Расстояние между двойными линиями составляло $2\Delta_1 = 1,6$ мм и $2\Delta_2 = 5,6$ мм. При измерениях B_z компоненты магнитной индукции с помощью сканирующего ГМИ магнитометра, величина задаваемого тока варьировалась от 3 мА до 30 мА. На рис.2 синим цветом приведены экспериментальные распределения B_z компоненты магнитного поля над центральной частью двух указанных образцов двухпроводных токовых линий, при заданном токе $I_0 = 10$ мА, на двух разных высотах 0,6 мм (а) и 0,1 мм (б), соответственно.

На рис. 2 зеленым цветом приведены расчетные распределения вертикальной компоненты индукции, B_z для двух двойных линий со значениями параметра $\Delta_1 = 0,8$ мм ($2\Delta_1 = 1,6$ мм) и $\Delta_2 = 2,8$ мм ($2\Delta_2 = 5,6$ мм). В каждом случае расчеты проведены при протекающем токе 10 мА, для высот: 1,9 мм и 1,4 мм, соответственно. Данные параметры были выбраны с учетом подбора калибровочных параметров с помощью вышеуказанной программы для расчета.

Рисунок 2 - Расчетные и экспериментальные распределения B_z компоненты магнитного поля на разных высотах над двухпроводными токовыми линиями с промежуточными расстояниями:а — $2\Delta_1 = 1,6$ мм; б — $2\Delta_2 = 5,6$ ммDOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.126.104.2>

Сравнение представленных экспериментальных сканов B_z компоненты магнитного поля (рис.3) с расчетными показало, что хорошее согласие в данных можно достичь с учетом следующих условий. Во-первых, должна быть сделана поправка высоты, на которой проводятся измерения. В нашем случае было установлено, что эта поправка z_{ad} должна составлять 1,3 мм, т. е. эффективные высоты при наших измерениях были равны 1,4 мм и 1,9 мм соответственно. Во-вторых, при измерении локального неоднородного магнитного поля (в отличие от однородного магнитного поля), должен быть введен дополнительный ослабляющий коэффициент. В данном случае было установлено, что этот коэффициент $k = 0,66$. С учетом указанных поправок, полученные экспериментальные данные хорошо описывают распределение нормальной компоненты магнитных полей и могут использоваться для нахождения значения протекающего по двухпроводной линии тока I . Таким образом формула (1) принимает следующий вид:

$$B_z^*(x, z, \Delta) = 0,66 \cdot B_z(0, z + 1,3, \Delta) \quad (2)$$

Во время калибровочных испытаний магнитометра было проведено 6 серий измерений по 10 сканов на двух двухпроводных линиях с промежуточными расстояниями $2\Delta_1 = 1,6$ мм и $2\Delta_2 = 5,6$ мм и на 3 разных высотах 0,1, 0,6, 1,1 мм.

Для оценки двух свободных параметров: z_{ad} и k , для каждой серии экспериментов отдельно с помощью компьютерной программы был использован метод максимального правдоподобия MLE. Результаты расчетов приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Результаты расчета нормальной компоненты магнитного поля над центром двухпроводной линии.

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.126.104.3>

Серия	2Δ , мм	z , мм	k	z_{ad} , мм	$\langle I \rangle_{eff} \pm \Delta I_{eff}$, мА
1	1,6	0,1	1,4	1,26	$10,4 \pm 0,6$
2		0,6	1,45	1,34	$10,4 \pm 0,9$
3		1,1	1,45	1,35	$10,5 \pm 1,3$
4	5,6	0,1	1,35	1,24	$10,7 \pm 0,8$
5		0,6	1,3	1,23	$9,9 \pm 0,6$
6		1,1	1,35	1,28	$10,5 \pm 0,6$

Для каждой серии измерений можно видеть, что величина рассчитываемого тока $\langle I_{eff} \rangle$ хорошо согласуется с известным значением 10 мА, вырабатываемым генератором тока. Значит можно утверждать, что можно с хорошей точностью померить магнитометром текущий ток в двухпроводной линии любой ширины от 1,6 мм до 5,6 мм и на любой высоте от 0,1 мм до 1,1 мм.

В случае образца в виде замкнутой двухпроводной линии (длинный прямоугольник с известной площадью S), по найденному значению тока может быть определена величина его магнитного момента $M = I \cdot S$. Указанный подход определения магнитного момента образца также применим для перпендикулярно намагниченных длинных прямоугольных тонких магнитных слоев с известными размерами.

Магнитный момент образца тонера лазерного принтера

Как и в случае двухпроводных линий, образцы тонеров в виде сплошных полос шириной $2\Delta_1 = 1,6$ мм и $2\Delta_2 = 5,6$ мм, измерялись на сканирующем ГМИ магнитометре на тех же высотах 0,1 мм; 0,6 мм и 1,1 мм. Перед измерениями образцы намагничивались в перпендикулярном их поверхности направлении в большом постоянном магнитном поле. Затем поле отключали, и образцы с остаточной намагниченностью аккуратно переносились на координатный стол для последующего сканирования.

Экспериментальные графики распределения B_z^* компоненты магнитного поля, порождаемого остаточной намагниченностью материала тонера для указанных образцов, приведены на рис.3 синим цветом. Так же как в случае двухпроводной линии мы использовали выражение (2) минимума B_z^* , с учетом найденных поправок, для расчета эффективного тока соответствующего величине магнитного момента на единицу площади образца M/S . Расчеты проводились для каждой серии измерений на разных высотах и для каждого из образцов. В ходе расчетов было определено, что величина остаточного магнитного момента на единицу площади перпендикулярно намагниченного образца составила $5,8 \pm 0,6$ мА.

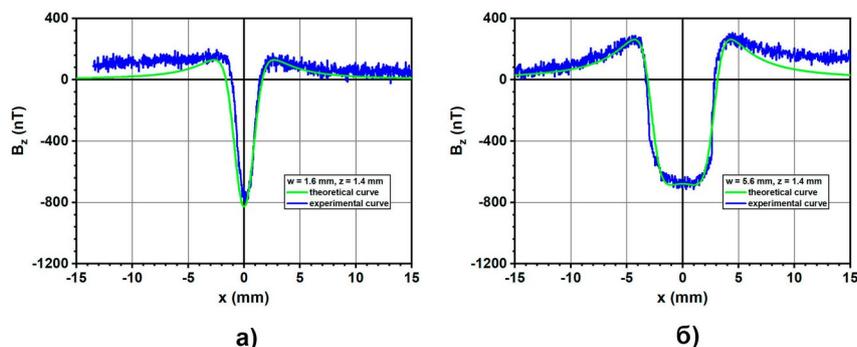


Рисунок 3 - Расчетные и экспериментальные распределения V_z^* компоненты магнитного поля, измеренные на разных высотах, над образцами перпендикулярно намагниченных тонеров шириной:

а — 1,6 мм; б — 5,6 мм

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.126.104.4>

Для образца с размерами 1,6×5 мм, предварительно намагниченного в перпендикулярном поле, оценка величины магнитного момента образца на единицу площади составила 5,8 мА, а полный момент образца по измерениям на сканирующем ГМИ магнитометре оказался равен 0,046 мкА·м².

На основе полученных результатов можно сделать следующие заключения о свойствах данного типа тонера. Используя величину магнитного момента образца в насыщении, измеренную на вибромагнитометре (0,0028 мА·м²) и исходя из величины удельной намагнитченности насыщения оксида железа тонера 90 А·м²/кг, можно оценить количество магнитных наночастиц в нем. Следовательно, количество наночастиц в образце составляет ~ 30 мкг.

Сравнение величин остаточного магнитного момента образца, полученных с помощью сканирующего ГМИ магнитометра (0,046 мкА·м²) и вибромагнитометра (0,1 мкА·м²), показывает различие этих величин почти в 2 раза. Различия в результатах измерений связаны, по всей видимости, со значительной погрешностью вибромагнитометра при измерениях столь слабых магнитных моментов образцов.

Заключение

Таким образом, было установлено, что ГМИ-датчик может быть охарактеризован определенной «эффективной» высотой. Учитывая эту величину, можно получить количественные значения измеренных магнитных полей. В данной работе была найдена «эффективная» высота датчика ГМИ ~1,3 мм. При измерениях на малых расстояниях до плоскости образца этот параметр определяет пространственное разрешение сканирующего ГМИ-магнитометра. Используя сканирующий ГМИ-магнитометр, мы измерили распределение магнитных полей, созданных остаточной намагнитченностью образцов тонера в виде полос различной ширины. Образцы характеризовались средней концентрацией магнитных наночастиц на единицу площади ~6 мкг/мм². Было установлено, что полный магнитный момент образца размером 1,5-5 мм² был равен 0,046 мкА·м². Значение остаточного магнитного момента образца тонера, определенное с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра, является количественной характеристикой магнитных свойств тонера и может быть использовано при его идентификации в задачах судебной экспертизы.

Конфликт интересов

Не указан.

Рецензия

Все статьи проходят рецензирование. Но рецензент или автор статьи предпочли не публиковать рецензию к этой статье в открытом доступе. Рецензия может быть предоставлена компетентным органам по запросу.

Conflict of Interest

None declared.

Review

All articles are peer-reviewed. But the reviewer or the author of the article chose not to publish a review of this article in the public domain. The review can be provided to the competent authorities upon request.

Список литературы на английском языке / References in English

1. Ataefard M. Effect of micro- and nanomagnetite on printing toner properties. / M. Ataefard, E. Ghasemi, M. Ebadi // Sci. World J. — 2014. — 6. — p. 706367.
2. Galliford Consulting & Marketing. — 2016. — URL: <http://gallifordconsulting.com/wp-content/uploads/2016/10/Chemically-Prpared-Toner-Basics.pdf>. (accessed: 15.09.22)
3. Gudoshnikov S. Magnetic properties of Fe-based nanoparticle assembly. / S. Gudoshnikov, B. Liubimov, L. Matveets et al. // J. Magn. Magn. Mater. — 2003. — 258-259. — p. 54-56.
4. Meisen U. The influence of particle size, shape and particle size distribution on properties of magnetites for the production of toners. / U. Meisen, H. Kathrein // J. Imaging. Sci. Technol. — 2000. — 44(6). — p. 508-513.
5. Melo L.G.C. Optimization of the magnetic noise and sensitivity of giant magnetoimpedance sensors. / L.G.C. Melo, D. Menard, A. Yelon et al. // J. Appl. Phys. — 2008. — 103(3). — p. 033903.
6. Ohta N. Desktop Printer Technology / N. Ohta, M. Rosen — Milton Park: Taylor & Francis, 2006. — 296 p.

7. Panina L. Magneto-impedance effect in amorphous wires. / L. Panina, K. Mohri // *Appl. Phys. Lett.* — 1994. — 65. — p. 1189-1191.
8. Pirota K.R. Magnetic properties and giant magnetoimpedance in a CoFeSiB glass-covered microwire. / K.R. Pirota, L. Kraus, H. Chiriac et al. // *J. Magn. Magn. Mater.* — 2000. — 221. — p. 243.
9. Volkov I. SQUID-measurements of relaxation time of Fe₃O₄ superparamagnetic nanoparticle ensembles. / I. Volkov, S. Gudoshnikov, N. Usov et al. // *J. Magn. Magn. Mater.* — 2006. — 300. — p. e294.
10. Zhukova V. Optimization of giant magnetoimpedance in Co-Rich amorphous microwires. / V. Zhukova, A. Chizhik, A. Zhukov et al. // *IEEE Trans. Magn.* — 2002. — 38. — p. 3090-3092.