

Podatność magnetyczna próbek gleby

Metoda wagowa

DETEKCJA CZĄSTEK MAGNETYCZNYCH W CIAŁACH STAŁYCH, CIEKŁYCH I PÓLPŁYNNYCH



Centrum Metrologii Badań i Certyfikacji - Radwag Wagi Elektroniczne
26-600 Radom, Toruńska 5, tel.: +48 48 386 60 00,
e-mail: radom@radwag.pl
<http://radwag.com>

Spis treści

1. Metody badania podatności magnetycznej	4
2. Zależność częstotliwościowa podatności magnetycznej	5
3. Grawimetryczna metoda badania podatności magnetycznej	6
3.1. Zasada działania.....	6
3.2. Konstrukcja zestawu do badania podatności magnetycznej.....	7
4. Procedura badawcza	8
4.1. Przygotowanie próbki.....	8
4.2. Pomiar masy	8
4.3. Pomiar podatności magnetycznej	9

Wstęp

Jednym z parametrów jakościowych środowiska które nas otacza jest zawartości metali ciężkich. Emitowane przez huty cynku, żelaza, cementownie, elektrownie czy koksownie cząstki metali ciężkich odkładają się w glebach a następnie są absorbowane przez rośliny. Taki cykl stanowi bardzo realne zagrożenie ekologiczne, istotne dla zdrowia i życia populacji ludzkiej. Zastosowanie magnetometrii terenowej (in situ) pozwala na dokładne wskazanie miejsc w których występuje nadmierna koncentracja zanieczyszczeń cząstkami metalicznymi a poprzez to podjęcie działań zapobiegawczych. Z drugiej strony badania takie mogą być prowadzone w warunkach laboratoryjnych z uwzględnieniem takich elementów jak pobór próby, transport oraz przygotowanie próbki do badań.

Podatność magnetyczna jest jedną z podstawowych wielkości fizycznych opisujących własności magnetyczne materii. Potocznie jest to zdolność ośrodka do namagnesowania się pod wpływem zewnętrznego pola magnetycznego. Podatność magnetyczną (κ) określa się poprzez stosunek objętościowego namagnesowania (M) indukowanego w materiale o podatności (κ) do natężenia pola magnetycznego H , wywołującego to namagnesowanie:

$$\kappa = \frac{M}{H} \quad (1)$$

gdzie: M – objętościowe namagnesowanie ośrodka [A/m]
 H – natężenie pola magnetycznego [A/m]

W układzie SI podatność magnetyczna objętościowa jest wartością bezwymiarową i jest 4.5 razy większa niż ta sama wartość podawana w układzie CGS.

$$\kappa_{SI} = \kappa_{CGSM} \cdot 4\pi \quad (2)$$

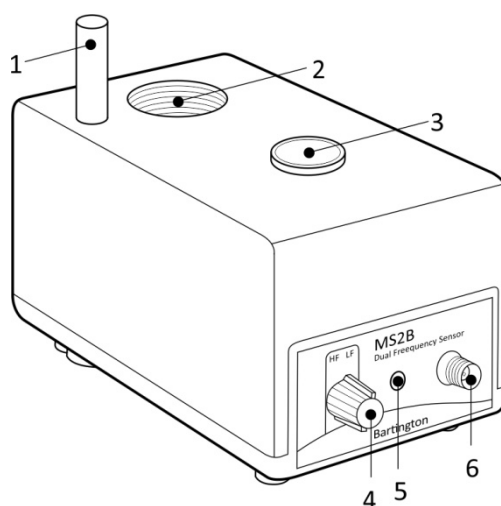
Znając masę i objętość analizowanej próbki a tym samym jej gęstość można uzyskać informację dotyczącą podatności magnetycznej właściwej (tzw. masowa podatność magnetyczna), która pozwala uwzględnić w analizie również zmienną gęstość badanych próbek gleby.

$$\chi = \frac{\kappa}{\rho} \left[\frac{m^3}{kg} \right] \quad (3)$$

gdzie: κ – podatność magnetyczna objętościowa [-]
 ρ – gęstość próbki [kg/m³]

1. Metody badania podatności magnetycznej

Zazwyczaj pomiar podatności magnetycznej próbek wykonuje się przyrządami pomiarowymi w których cewka indukcyjna jest zasilana prądem zmiennym o częstotliwości od kilkuset do kilku tysięcy herców. Zasada mierzenia podatności magnetycznej sprowadza się do określenia zmiany indukcyjności cewki znajdującej się w przyrządzie w efekcie oddziaływania cząstek magnetycznych znajdujących się w strukturze badanego produktu. Takim przyrządem pomiarowym jest miernik MS2B firmy Bartington – analizowaną próbkę w pojemniku o kształcie walca umieszcza się w celi pomiarowej (2). Pomiary wykonywane są przy dwóch częstotliwościach 0.465 kHz i 4.65 kHz. Widok miernika MS2B pokazano na rysunku 1.



Rysunek 1. Miernik MS2B firmy Bartington

Legenda:

1. Mechanizm wprowadzania próbki i śruba do regulacji wysokości
2. Komora pomiarowa dla próbki
3. Próbka kontrolna – adiustacja urządzenia
4. Przełącznik częstotliwości roboczej
5. Przełącznik kalibracji HF
6. Złącze TNC do podłączenia miernika MS2

Innym powszechnie stosowanym przyrządem pomiarowym w badaniach podatności magnetycznej skał i gleb jest Kappametr. Wewnątrz urządzenia znajduje się oscylator i cewka indukcyjna, która wpływa na częstotliwość oscylatora. Gdy w pobliżu cewki nie ma ciał posiadających cząstki magnetyczne, częstotliwość oscylatora determinuje tylko przenikalność magnetyczna powietrza. W cyklu pomiarowym częstotliwość oscylatora jest zależna od przenikalności magnetycznej próbki. Otrzymany sygnał jest konwertowany do wartości podatności magnetycznej. Istotnym parametrem w tej metodzie jest stabilność termiczna oscylatora.

2. Zależność częstotliwościowa podatności magnetycznej

Obserwowana podatność magnetyczna może być efektem występowania w strukturze badanej próbki ferromagnetyków takich jak magnetyt, maghemit (cząstki pochodzenia antropogenicznego) lub superparamagnetyków (ziarna pochodzenia naturalnego). Pochodzenie cząstek magnetycznych można oszacować poprzez badanie tej samej próbki przy dwóch różnych częstotliwościach. Wartość współczynnika częstotliwościowej podatności magnetycznej (χ_{fd}) wyrażona jest zależnością (4).

$$\chi_{fd} = \frac{\kappa_{lf} - \kappa_{hf}}{\kappa_{lf}} \cdot 100\% \quad (4)$$

gdzie: κ_{lf} – podatność magnetyczna objętościowa mierzona w niskiej częstotliwości,
 κ_{hf} – podatność magnetyczna objętościowa mierzona w wysokiej częstotliwości.

Wielkość współczynnika częstotliwościowej podatności magnetycznej określa procentowy spadek podatności magnetycznej przy pomiarze podatności w różnych częstotliwościach. Jeśli wartość współczynnika χ_{fd} jest większa od 4%, oznacza to obecność w glebie superparamagnetyków (ziaren pochodzenia naturalnego). Wartość poniżej 4% wskazuje na cząstki magnetyczne pochodzenia antropogenicznego. Szacunkową podatność magnetyczną dla metali i minerałów zaprezentowano w tabeli 1.

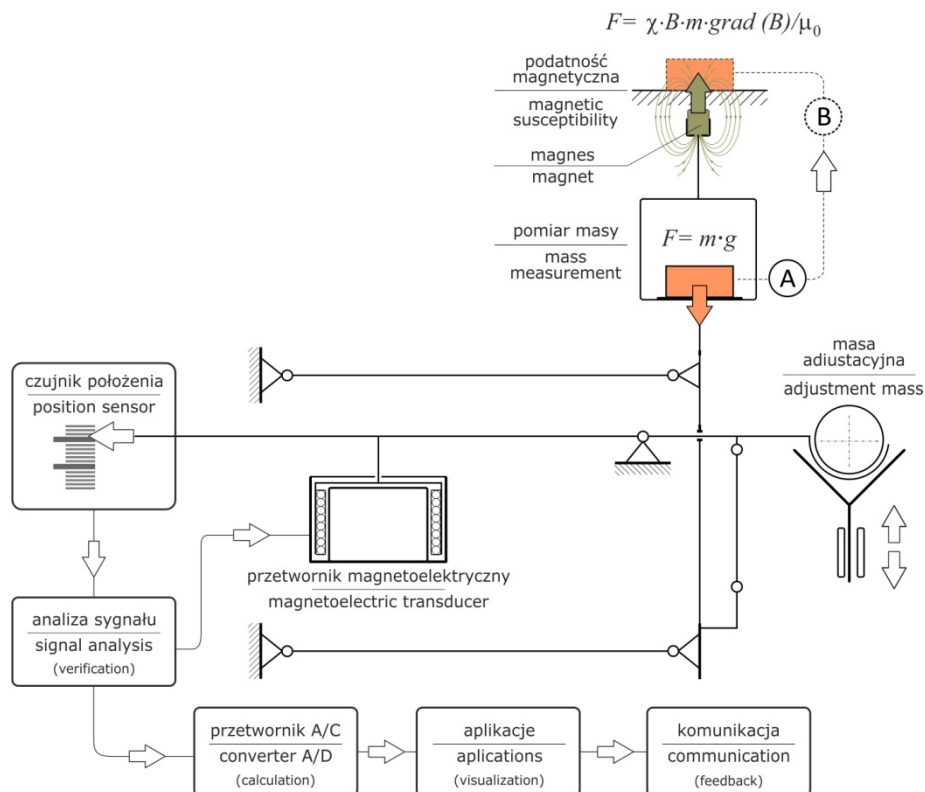
Tabela 1. Podatność magnetyczna metali, gazów i minerałów

	Diamagnetyki	Paramagnetyki	Ferromagnetyki
	$\kappa < 0$	$\kappa > 0$	$\kappa \gg 0$
Podatność magnetyczna	słaba	$\sim 10^{-6} \div 10^{-3}$ SI	Ferromagnetyki: > 10 SI
Metale, gazy	Cu ⁺ , Ti, Pb, Bi, Cd, Zn, Hg	Litowce, Berylowce, Lantanowce, Cu ²⁺ , Al., Cr, Mo, Mn, W, Pt, Pd, sole Fe, Co, Ni, gazy: O ₂ , O	Fe, CO, Ni, Gd, Cr, tlenki i siarczki żelaza, siarczki pierwiastków ziem rzadkich
Minerały	Kwarc, ortoklaz, kalcyt, anhydryt, gips, halit	biotyt, ortopiroksen, klinopiroksen, amfibol, oliwin, granat.	FeO·Fe ₂ O ₃ , Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃), Hematyt (α -Fe ₂ O ₃), Getyt (α -FeOOH),

3. Grawimetryczna metoda badania podatności magnetycznej

3.1. Zasada działania

Ideą metody grawimetrycznej jest połączenie procesu pomiaru masy próbki z możliwością określenia objętościowej oraz właściwej (masowej) podatności magnetycznej. Schemat takiego układu pomiarowego został zaprezentowany na rysunku 2.



Rysunek 2. Schemat mikrowagi MYA 4.Y z wyposażeniem do badania podatności magnetycznej

Przed położeniem ładunku na szalce układ pomiarowy znajduje się w położeniu równowagi. W momencie położenia ładunku na szalce (A) następuje wytrącenie czujnika położenia z pierwotnego stanu stabilnego w efekcie działania siły grawitacyjnej na ładunek zgodnie z zależnością $F = mg$. Układ pomiarowy dokonuje analizy sygnału pomiarowego i generuje sygnał kompensujący, celem przywrócenia układu pomiarowego do pierwotnego położenia równowagi. Adiustacja fabryczna wskaźnik przetwornika pomiarowego względem certyfikowanych wzorców masy pozwala wygenerowany sygnał kompensujący przedstawić w postaci wyniku ważenia wyrażonego w jednostkach masy, w gramach. Taka metoda pozwala na dokładne wyznaczenie masy badanej próbki, zarówno netto jak i brutto.

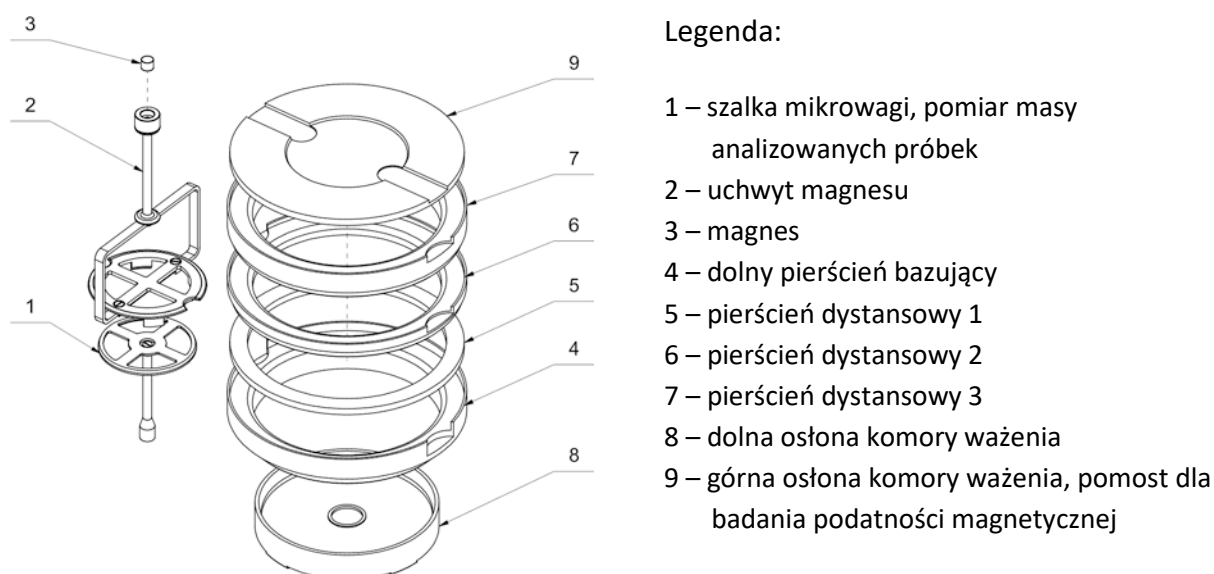
Przeniesienie próbki z pomostu wagowego (A) na stałą podporę komory ważenia (B) pozwala wyznaczyć podatność magnetyczną próbki. Przed położeniem ładunku układ pomiarowy jest w położeniu równowagi. Umieszczenie próbki w pozycji (B) powoduje zmianę wskazania układu pomiarowego w efekcie oddziaływania cząstek magnetycznych zawartych w strukturze próbki z polem magnesu stałego, który jest umieszczony w górnym uchwycie szalki. Uwzględniając wymiary geometryczne próbki, jej odległość od magnesu oraz wskazania układu pomiarowego następuje wyliczenie objętościowej i masowej podatności magnetycznej.

3.2. Konstrukcja zestawu do badania podatności magnetycznej

Konstrukcja zestawu przeznaczonego do badania podatności magnetycznej umożliwia badanie zmian masy i podatności magnetycznej filtrów o maksymalnej średnicy 47 mm oraz próbek gleby umieszczonych w pojemnikach o średnicy zewnętrznej 25 mm, przy objętości 5,43 cm³. Masa własna zestawu wynosi ponad 11 g, toteż zestaw ten może być:

- zainstalowany w konstrukcji już użytkowanych mikrowag serii MYA 4Y o obciążeniu maksymalnym większym niż 11 g.
- zainstalowany w dowolnej mikrowadze serii MYA 4.Y, modyfikacja konstrukcji mikrowagi w czasie produkcji.

Widok zestawu dedykowanego dla badań podatności magnetycznej przedstawiono na rysunku 3.



Rysunek 3. Zestaw do badania podatności magnetycznej

W przypadku użytkowania zestawu w konstrukcji mikrowag MYA 21.4Y, adiustacja wagi powinna być wykonana przed zainstalowaniem zestawu. Po instalacji zestawu wskazanie mikrowagi należy wytarować. Po tej operacji mikrowaga jest gotowa do pracy.

Dla zestawu instalowanego fabrycznie dostępne są wszystkie możliwości w zakresie pomiarów masy jak i adiustacji, tak jak w przypadku standardowej mikrowagi. Zestaw należy zainstalować przed uruchomieniem mikrowagi.

4. Procedura badawcza

4.1. Przygotowanie próbki

Próbka gleby przeznaczona do badań powinna być homogeniczna. Wymieszaną próbkę należy umieścić w plastikowym pojemniku w pewnym nadmiarze a następnie pojemnik zamknąć nakrętką lekko ugniatając nadmiar próbki. W przypadku filtrów należy przeprowadzić kondycjonowanie w stabilnych warunkach laboratoryjnych. Pomiar masy filtra przed ekspozycją i po ekspozycji bez uprzedniego kondycjonowania może być obarczony błędem wynikającym ze zmian jego masy w efekcie absorpcji wilgoci. Dla filtrów gromadzących nie zrównoważone ładunki elektrostatyczne przed ważeniem należy zastosować dejonizację – dejonizator DJ-02.

4.2. Pomiar masy

Uzyskanie poprawnych wyników podatności magnetycznej właściwej wymaga dokładnego określenia masy badanych próbek. W tym celu pierwszym etapie należy wykonać adiustację mikrowagi. Proces ten odbywa się automatycznie.

Procedura:

- zdjąć obciążenie z szalki mikrowagi
- wyzerować wskazanie
- wykonać adiustację wewnętrzną

Pomiar masy próbek

- wyzerować wskazanie mikrowagi
- otworzyć automatycznie komorę ważenia
- umieścić próbkę na szalce i zamknąć komorę ważenia
- po stabilizacji odczytać i zarejestrować wynik pomiaru.
- otworzyć komorę ważenia i wyjąć próbkę, zamknąć komorę ważenia



UWAGA:

masę netto próbki można wyznaczyć po uprzednim wytarowaniu pustego pojemnika lub wykorzystując funkcję tary cyfrowej. W tym przypadku podczas ważenia brutto należy podać wartość tary pojemnika – wskazanie zostanie automatycznie skorygowane a wynik ważenia przedstawiony jako masa netto badanej próbki.

Na podstawie pomiaru masy netto próbki i znanej jej objętości wynoszącej $5,43127E-06 \text{ m}^3$ wyliczyć gęstość badanej próbki z zależności (5)

$$\rho = \frac{m}{V} \left[\frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \right] \quad (5)$$

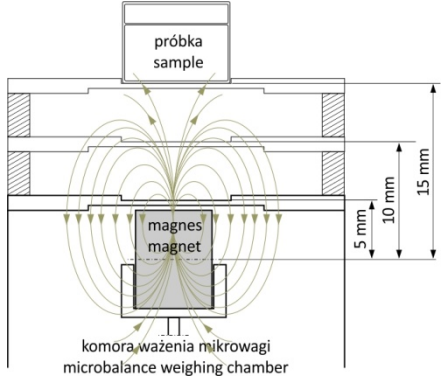
Wyliczoną wartość gęstości należy wpisać do specyfikacji próbki – baza danych PRODUKTY. Będzie ona konieczna dla wyliczenia podatności właściwej zgodnie z zależnością (3).

4.3. Pomiar podatności magnetycznej

Przed rozpoczęciem badania podatności magnetycznej należy określić parametry badania, takie jak odległość próbki od magnesu (5 mm, 10 mm, 15 mm, 20 mm) oraz zdefiniować wymiary geometryczne próbki. Procedura badawcza wymaga żeby próbka była umieszczona w pojemniku o kształcie walca. Wartości te należy ustalić w menu mikrowagi, tabela 3 - funkcja badania podatności magnetycznej. Wartość pola magnetycznego zależnie od odległości w jakiej znajduje się badana próbka podano w tabeli 2.

Tabela 2. Wartość pola magnetycznego w cyklu badania





Odległość próbki od środka magnesu	Wartość pola magnetycznego
5 mm	130 mT
10 mm	15 mT
15 mm	5.5 mT
20 mm	1.7 mT



UWAGA:

wybranie konkretnej odległości próbki od magnesu oznacza że zainstalowano odpowiedni pierścień dystansujący. Poprzez to uzyskuje się zmienną wartość pola magnetycznego jakie oddziałuje na cząstki magnetyczne znajdujące się w strukturze badanej próbki.

Tabela 3. Menu mikrowagi – podatność magnetyczna

Parametry	
1 	Dystans D4 = 15 mm
2 	Wysokość próbki 14.7 mm
3 	Średnica próbki 25 mm
4 	Start

Po ustaleniu parametrów badania podatności magnetycznej naciśnięć przycisk Start. Następnie umieścić próbkę na górnej osłonie komory ważenia (poz. 9, rys. 3). Po ustabilizowaniu się wskazania naciśnięć przycisk Start/Zatwierdź (patrz instrukcja obsługi wagi). Podatność magnetyczna zostanie automatycznie wyliczona a jej wartość podana w polu Info, tak jak w tabeli 4.

Tabela 4. Widok próbki oraz wyświetlacza wagi – badanie podatności magnetycznej.



Widok próbki w czasie badania

Magnetyzm		09:52:45
User	Admin	
MYA 2.4Y	Max 2.1 g	Min 0.1 mg T=-2.1 g e=1 mg d=1 µg
▼		-0.000248 g
Procedura	Próbka	
Dystans	D3=15 mm	
Wysokość próbki	12.37 mm	
Średnica próbki	23.65 mm	
Podatność magnetyczna	0.0109	
Zakończone		

Widok wyświetlacza mikrowagi – funkcja podatności