

УСТРОЙСТВО CS4 / CSL

Руководство пользователя

Дополнение к документу
MFK1-FA, MFK1-A – Руководство пользователя

Устройство для измерения
температурной изменчивости магнитной восприимчивости

AGICO
Advanced Geoscience Instruments Co.
Брно
Чешская республика

Оглавление

ОГЛАВЛЕНИЕ.....	2
ПРЕДИСЛОВИЕ.....	3
ОПИСАНИЕ УСТРОЙСТВ CS4 / CSL.....	4
ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ УСТРОЙСТВ CS4 / CSL	5
УСТАНОВКА И ЭКСПЛУАТАЦИЯ УСТРОЙСТВА CS4 / CSL	6
Высокотемпературная печь.....	6
Температурный датчик и образец.....	8
Измеритель расхода аргона	9
Измерительный контейнер.....	10
Низкотемпературный криостат	11
ИЗМЕРЕНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИЗМЕНЕНИЯ МАГНИТНОЙ ВОСПРИИМЧИВОСТИ	12
Работа с программой.....	12
Калибровка.....	17
Описание файла данных	17
ИЗМЕРЕНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИЗМЕНЕНИЯ МАГНИТНОЙ ВОСПРИИМЧИВОСТИ.....	21
Работа с программой.....	21

Предисловие

Это Дополнение адресовано тем пользователям, которые уже имеют в своем распоряжении измеритель магнитной восприимчивости Kappabridge MFK1-FA или MFK1-A, и хотят расширить возможности прибора при помощи устройства CS4 и/или CSL.

- р** Часть 2 Руководства пользователя **MFK1-FA, MFK1-A: Устройство CS4 / CSL** – содержит описание последовательности измерения температурных изменений магнитной восприимчивости с помощью высокотемпературной печи CS4 и низкотемпературного криостата CSL.

Описание устройств CS4 / CSL

Устройства CS4 и CSL (высоко- и низкотемпературные устройства) предназначены для проведения измерений совместно с прибором Kappabridge модели MFK1-FA или MFK1-A.

Высокотемпературная печь CS4 используется для измерения температурных изменений магнитной восприимчивости минералов, горных пород, и синтетических материалов в слабых полях, в диапазоне температур от температуры окружающего воздуха до 700°C. Устройство состоит из немагнитной печи, снабженной специальным платиновым термометром, блока контроля температуры CS4, лабораторного блока питания EA-PS, резервуара охлаждающей воды с насосом, и устройства для измерения расхода аргона. Образец помещается в измерительный сосуд, который нагревается при помощи платиновой проволоки с тремя выбираемыми уровнями интенсивности нагревания. Измерение температуры производится с помощью специального платинового термометра. Во время нагрева можно подать аргон, который предотвращает окисление измеряемого образца. Для измерения восприимчивости в выбранном температурном диапазоне, оборудование автоматически помещает печь в измерительную катушку прибора Kappabridge. Квазинепрерывный процесс измерения выполняется полностью автоматически, под контролем программного обеспечения.

Низкотемпературный криостат CSL используется для измерения температурных изменений магнитной восприимчивости минералов, горных пород, и синтетических материалов в слабых полях, в диапазоне температур от минус 192°C до температуры окружающей среды. Устройство состоит из немагнитного криостата, снабженного специальным платиновым термометром, блока контроля температуры CS4, и лабораторного блока питания EA-PS. Образец помещается в измерительный сосуд, который охлаждается внутри криостата жидким азотом, и затем самопроизвольно нагревается до заданной температуры. Для вытеснения жидкого азота из криостата используется газообразный аргон. Измерение температуры производится с помощью специального платинового термометра. Квазинепрерывный процесс измерения после охлаждения образца выполняется полностью автоматически, под контролем программного обеспечения.

Программа **CUREVAL** служит для автономной обработки данных и представления в графическом формате данных, полученных при измерении температурных изменений магнитной восприимчивости горных пород при помощи высоко/низкотемпературного устройства CS4/CSL и прибора Kappabridge. Имеется вариант программы, предназначенный для операционных систем MS-DOS и MS-WIN – его можно бесплатно скачать на веб-сайте компании: www.agico.com.

Технические характеристики устройств CS4 / CSL

Максимальный объем образца (фрагменты или порошок)	0,25 см ³
Внутренний диаметр измерительного сосуда	6,5 мм
Чувствительность к изменению восприимчивости (976 Гц, 400 Ам ⁻¹)	1 x 10 ⁻⁷ единиц СИ
Температурный диапазон устройства CS4	от температуры окружающей среды до 700°C
Температурный диапазон устройства CSL	от -192°C до температуры окружающей среды
Точность температурного датчика	±2°C, см. также IEC 751- Pt100
Требования по расходу газообразного аргона (защитная атмосфера) мин. ⁻¹	примерно 100 мл
Количество жидкого азота (охлаждающий криостат)	примерно 0,25 л на одно охлаждение
Требования по электропитанию	240, 230, 120, 100 В ±10%, 50 / 60 Гц
Потребляемая мощность	350 ВА
Размеры / масса	
Блок контроля температуры	230 мм x 190 мм x 130 мм / 1,7 кг
Лабораторный блок питания EA-PS	310 мм x 240 мм x 130 мм / 8 кг
Резервуар для воды с насосом	380 мм x 380 мм x 700 мм / 2 кг (без воды)
Расходомер аргона	32 мм x 32 мм x 140 мм / 1 кг
Печь/Криостат	диаметр 60 мм, длина 220 мм / 0,5 кг

Установка и эксплуатация устройства CS4 / CSL

Подключение устройства CS4/CSL к прибору MFK1-FA или MFK1-A производите в соответствии со Схемой взаимного подключения блоков MFK1-FA/CS4/CSL (см. Главу Порядок установки в Части 1 Руководства пользователя Kapabridge MFK1-FA/CS4/CSL).

Высокотемпературная печь

Питание для нагревания печи подается по двухжильным кабелям, которые крепятся двумя винтами. Сам нагревательный провод представляет собой платиновую бифилярную обмотку. Контейнер для образца, нагревательная трубка и изоляционная трубка изготовлены из кварцевого стекла, а внешняя оболочка печи изготовлена из плексигласа. Температурная изоляция печи обеспечивается с помощью одного слоя порошка Al_2O_3 и слоя охлаждающей воды.

Для экранирования измерительной катушки прибора Kapabridge от горячей печи устройство CS4 снабжено замкнутым водяным контуром. Основными частями системы охлаждения являются двойная оболочка печи, трубопроводы, индикатор расхода и резервуар для воды с насосом.

- Патрубок отвода «теплой» воды (WATER-OUT) на левой стороне ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО блока при помощи трубопровода длиной приблизительно 2,5 м соединяется с патрубком подвода воды (IN) резервуара для воды.
- Патрубок подвода «холодной» воды (WATER-IN) на левой стороне ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО блока при помощи трубопровода длиной приблизительно 2,5 м соединяется с патрубком отвода воды (OUT) резервуара для воды.



- В резервуаре для воды должно содержаться около 50 литров дистиллированной воды. Рекомендуется добавить замедлитель роста бактерий и грибов – на 50 л воды достаточно 25 мл средства (например, BAD STABIL, производитель NeoLab, номер для заказа 1-6095).
- Кабель от насоса резервуара для воды должен быть подключен к контактному гнезду на блоке контроля температуры CS4.
- После первого заполнения водой или после любого другого случая, когда в систему охлаждения попадает воздух, необходимо провести ее деаэрацию. Эту

операцию рекомендуется также выполнять после длительного периода бездействия устройства.

- Процесс деаэрации системы охлаждения выполняется следующим образом:

Подключите устройство CS4 к прибору MFK1-FA Kappabridge (см. Часть 1 руководства, глава Порядок установки, Схема взаимного подключения блоков, Рис. 1), не забудьте подключить температурный датчик.

Включите прибор Kappabridge.

Запустите программу SUFYTE.EXE.

После приведения в действие печи CS4 программа проводит проверку водного контура.

В случае, если сообщение об ошибке ## BAD COOLING (расход воды $< 0,3$ л/мин.) остается на экране более одной минуты, проверьте, присоединен ли насос к блоку CS4, нет ли где-нибудь необжатых водяных трубопроводов, и правильно ли присоединены водяные трубопроводы. Трубопроводы между печью и впускным-выпускным патрубками на верхней стороне измерительного блока не должны пересекаться. Если расход воды недостаточен, и в печи присутствует воздух, необходимо провести деаэрацию системы охлаждения.

- Самым простым способом деаэрации системы охлаждения является следующий. Ослабьте крышку резервуара с водой и поднимите крышку (вместе с насосом) приблизительно на 30-40 см (насос должен оставаться погруженным в воду) и дождитесь восстановления нормального расхода воды. После этого верните насос в рабочее положение и закрепите крышку. Проверьте, не перекрутились ли трубопроводы.
- В случае, если резервуар с водой находится, например, под столом, и приподнять его крышку не представляется возможным, вы можете воспользоваться другим способом.



Будьте осторожны при выполнении этой операции, накройте измерительные катушки, чтобы обеспечить их сохранность. Для того, чтобы на время

остановить движение воды, пережмите трубопровод подачи воды, идущий от патрубка отвода («OUT»), расположенного на верхней стороне блока измерительных катушек, к печи. Разорвите водный контур, отсоединив трубопровод от патрубка подачи («IN») на верхней стороне блока измерительных катушек. Освободите пережатый трубопровод подачи воды, и дождитесь, пока из отсоединенного трубопровода не пойдет вода без пузырьков воздуха. Затем снова пережмите трубопровод подачи воды, замкните водный контур, освободите трубопровод подачи воды и убедитесь в том, что светится зеленый светодиодный индикатор COOLING (Охлаждение) на блоке измерительных катушек. Проверьте, что расход воды составляет как минимум 0,5 л/мин. Как вариант, в случае необходимости вы можете открыть систему охлаждения, отсоединив трубопровод от патрубка подачи («IN») на крышке резервуара с водой, и провести деаэрацию системы, выполнив описанные выше действия.

- Контроль за расходом охлаждающей воды во время работы устройства осуществляет управляющее программное обеспечение, а индикатором расхода служит зеленый светодиод, расположенный на правой стороне блока измерительных катушек прибора MFK1-FA. Зеленый индикатор светится, когда в системе циркулирует достаточное количество охлаждающей воды. Если поток охлаждающей воды прерывается более, чем на две секунды, этот светодиодный индикатор гаснет, и нагревание печи автоматически прекращается. Выполнение измерений приостанавливается.
- Оптимальным условием для измерения является достижение температурой воды уровня температуры воздуха в лаборатории. Поэтому мы рекомендуем включать систему охлаждения примерно за 2-3 часа до начала измерений, каждый раз после новой заправки резервуара или пополнения объема воды в нем. В обычных условиях в этом не возникает необходимости, так как температура воды равна температуре окружающей среды. Если до заливки в резервуар «новая» вода хранилась в другом помещении, с другой температурой воздуха, то при немедленном выполнении измерений может наблюдаться повышенный тепловой дрейф катушек.

Температурный датчик и образец


В качестве термометра используется специальный платиновый датчик, сопротивление которого зависит от температуры. Термометр подключается к системе с помощью 15-контактного разъема, такого же, как тот, что используется для поворотного устройства прибора MFK1-FA.

- При подключении термометра (или поворотного устройства) убедитесь, что прибор Karpabridge выключен (OFF).
- Датчик и трубка из кварцевого стекла являются очень хрупкими элементами. Поэтому, вставляя трубку в измерительный контейнер с образцом, или извлекая ее оттуда, соблюдайте предельную осторожность, чтобы не повредить трубку. Поместите образец в измерительный контейнер, чтобы он располагался горизонтально по длине контейнера, и аккуратно вставьте термометр. Затем установите контейнер с термометром вертикально, и



осторожно встряхивайте, чтобы образец сместился вниз, как показано на рисунке. **Не вставляйте** термометр в образец, когда он находится на дне измерительного контейнера.



- Обычно измеряемый образец представляет собой мелкий порошок из минерала или горной породы. Можно также использовать небольшие фрагменты – в этом случае нужно добавить порошок Al_2O_3 , чтобы исключить смещение фрагментов вверх и вниз во время измерения. Для получения точного результата измерения образец должен располагаться в зоне однородной температуры и однородного магнитного поля. Эта зона находится в нижней части контейнера для образца, имеет величину 20 мм. Температурный датчик располагается в середине этой зоны. Тем самым обеспечивается максимально точное измерение температуры образца, а измерение магнитной восприимчивости образца производится с наибольшей чувствительностью.
 - После каждого измерения образца температурный датчик нужно тщательно очистить, соблюдая осторожность. Для очистки используйте вату, которую в случае необходимости можно смочить различными растворителями (например, ацетоном, этанолом, и т.д.) После очистки просушите датчик.
-  • Для очистки термометра не используйте ультразвук. Следите также за состоянием выходных проводов термометра. Не сгибайте их слишком сильно.

Измеритель расхода аргона

Для того, чтобы предотвратить химические изменения в образце во время нагревания, может быть использован аргон, создающий защитную атмосферу. Оптимальный расход аргона составляет около 6 л/час, что соответствует приблизительно одной второй на шкале измерителя расхода аргона.

Измерительный контейнер

Для получения достоверных результатов необходимо регулярно производить очистку контейнера для образца, изготовленного из кварцевого стекла.

- Очень эффективным и быстрым способом очистки измерительного контейнера является ультразвуковая очистка.
- Для механической очистки внутренней части измерительного контейнера для образца используется вата, намотанная на шпильку. Вата может быть смочена различными растворителями (например, ацетоном, этанолом, и т.д.)
- Если образец расплавился во время измерения, необходимо провести химическую очистку контейнера.
- Прежде чем приступить к выполнению описанной ниже процедуры, обратитесь к специалисту-химику, который объяснит, как правильно обращения с кислотами. Работая с кислотами, соблюдайте осторожность.
 - налейте кислоту в цилиндрический сосуд из лабораторного стекла
 - наполните контейнер для образца кислотой
 - погрузите контейнер для образца в кислоту
 - дайте кислоте действовать несколько часов
 - за это время несколько раз поменяйте кислоту
 - вылейте кислоту
 - несколько раз промойте контейнер для образца водой
 - тщательно просушите контейнер
- Некоторые рекомендуемые кислоты:
 - a) HCl
 - b) H_2SO_4
 - c) самой сильнодействующей кислотой является хром-сернистая кислота, которая готовится следующим образом:
 - возьмите 15 г соли $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и 200 мл (см^3) концентрированной серной кислоты H_2SO_4
 - тщательно измельчите $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в фарфоровой ступке
 - растворите этот порошок в концентрированной серной кислоте H_2SO_4

Низкотемпературный криостат

Криостат используется для измерения температурных изменений магнитной восприимчивости минералов, горных пород, и синтетических материалов в слабых полях, в диапазоне температур от минус 192°C до температуры окружающей среды. Прежде чем запустить программу SUFYTE, которая управляет процессом измерений, подготовьте криостат к работе.

- Выключите систему.
- Не отключая высокотемпературную печь, поставьте ее в резервное положение. Это место в большом черном отверстии на измерительном блоке.
- Установите криостат в держателе и присоедините 9-контактный разъем, расположенный на верхней стороне измерительного блока.
- Проверьте, правильно ли сориентирован криостат относительно выемки, и не повреждена ли трубка для отвода жидкого азота.



Измерение высокотемпературного изменения магнитной восприимчивости

Программа SUFYTE служит для оперативного измерения температурного изменения магнитной восприимчивости посредством устройства CS4 и прибора Каррабридж версии MFK1-FA или MFK1-A, в диапазоне от температуры окружающей среды до 700°C.

Для использования этой программы нужна операционная система MS-DOS версии 4.0 или выше, и графический адаптер VGA. Кроме того, программа может работать с операционной системой MS-WIN, но в этом случае все возможные средства сохранения должны быть выключены.

Работа с программой

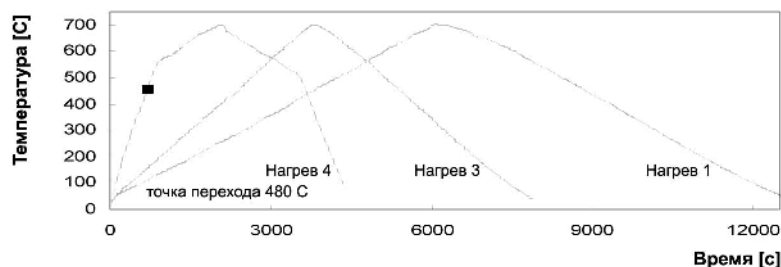


- Проверьте, подключен ли температурный датчик, и замкнута ли система охлаждения. Если во время последнего сеанса измерений вы использовали программу SAFYR с выключенной функцией U/D (пластмассовый цилиндр может по-прежнему находиться в катушке), извлеките пластмассовый цилиндр из катушки.
- Включите прибор Каррабридж (блок питания EA-PS должен быть всегда включен (ON), он дистанционно управляется устройством CS4).
- Запустите программу SUFYTE.EXE.
- После запуска программы автоматически проверяется соединение прибора с компьютером по каналу последовательной связи RS-232 COM1 или COM2.
- Если связь в норме и инициализация прибора Каррабридж прошла успешно, программа инициализирует блок CS4, и проверяет подключенное в данный момент устройство (печь или криостат), требуя подтверждения или внесения изменения.
- При отсутствии проблем с инициализацией появляется исходное меню. Предварительно должен быть введен маршрут вывода файла, имя файла образца, и название печи/криостата для последующей корректировки.

Выберите клавишу F1...F6 (F7 для версий FA и FB)

F1 – МАКС. температура [от 90 to 700°C]	: 700
F1 – МИН. температура [от 40 до 100°C]	: 40
F2 – мин. восприимчивость по оси y [ед. СИ] нулевое авто/масшт.	: 0
F2 – макс. восприимчивость по оси y [ед. СИ] нулевое авто/масшт.	: 0
F3 – скорость нагревания [низкая = 1 средняя = 2 высокая = 3 очень высокая = 4]	: 3
F4 – задержка при максимальной температуре [минуты]	: 0
F5 – ПРОДОЛЖИТЬ	
F6 – Напряженность поля [от 2 до 700 А/м]	: 200
F7 – Частота [от 1 до 3]	: F1

- При помощи клавиши **F1** можно выбрать максимальную или минимальную температуры, до которых нужно, соответственно, нагреть или охладить исследуемый образец. Значения температуры, использовавшиеся для последнего измеряемого образца (сохраненные в файле конфигурации SUFYTE.SAV), программа рассматривает как предварительно заданные значения. В новом приборе установлены значения 700°C и 40°C, так как, по всей вероятности, они являются наиболее употребимыми при обследовании большинства горных пород. Кроме того, эти значения являются предельными. Невозможно выбрать максимальную температуру больше 700°C (в этом случае появится сообщение о недопустимом значении (Illegal value) и программа будет ожидать ввода нового значения), также невозможно выбрать минимальную температуру меньше 40°C. Кроме того, минимальная температура не может быть задана выше 100°C из-за необходимости охлаждения печи перед измерением следующего образца. Значения температуры можно выбрать в пределах указанного выше интервала, при условии, что разность между максимальной и минимальной температурами составляет как минимум 50°C. Например, при обследовании пирротиносодержащих горных пород, когда интерес представляет только температура Кюри для пирротина, нужно выбрать максимальную температуру около 350°C, и значительно уменьшить время измерения.
- Клавиша **F2** управляет шкалой восприимчивости на графике зависимости восприимчивости от температуры, который отображается на экране компьютера в процессе измерения. Значения по умолчанию (0,0) означают, что программа выбирает подходящую шкалу автоматически. Если есть некоторое представление об измеряемой восприимчивости, можно выбрать соответствующую шкалу.
- Клавиша **F3** управляет скоростью нагревания. Стандартное значение «3» соответствует скорости нагревания приблизительно 11°C в минуту, что подходит для большинства горных пород (нагревание образца до 700°C и его охлаждение до 40°C занимает приблизительно 2-1/4 часа). Для специальных исследований можно использовать более медленную скорость нагревания (значение «1» соответствует приблизительно 6,5°C в минуту, а «2» - приблизительно 8,5°C в минуту), но нужно учитывать, что такие измерения, соответственно, занимают больше времени.



При выборе значения «4» система попросит вас ввести температурную точку изменения скорости нагревания. Эта точка рассчитывается по умолчанию по значениям температуры T_{max} и T_{min}, которые должны быть заданы перед

определением температурной точки изменения скорости нагревания. В случае, если после определения температурной точки изменения скорости нагревания вы изменяете значения T_{\max} и T_{\min} , убедитесь, что новая температурная точка задана правильно. До точки изменения скорости нагревания на кривой нагревания и после точки изменения на кривой охлаждения скорость нагревания составляет приблизительно 35°C в минуту, а после точки изменения на кривой нагревания и до точки изменения на кривой охлаждения скорость нагревания составляет приблизительно 8°C в минуту. Рекомендуется задать температурную точку, по крайней мере, на $50\text{--}100^{\circ}\text{C}$ ниже ожидаемой температуры Кюри. Эта функция позволяет ускорить измерение в случае, если вас интересует определенная температура Кюри.

- Комментарий: Если вы зададите температурную точку изменения скорости нагревания всего на 30°C ниже максимальной температуры, вы сможете очень быстро (примерно за 40 минут для всей кривой до 700°C) измерить всю кривую с максимальной скоростью нагревания и охлаждения. Это можно использовать, например, для измерения в пустой печи или для непродолжительного испытания. Вариант скорости нагревания «4» не сохраняется в файле конфигурации SUFYTE.SAV, он должен задаваться для каждого измерения индивидуально.
- Клавиша **F4** управляет временем тепловой обработки образца при максимальной температуре. Стандартное значение «0» означает, что как только температура достигнет максимального значения, заданного с помощью клавиши F1, она начнет понижаться. Если необходимо, чтобы нагревание при максимальной температуре происходило в течение более продолжительного времени, это время нужно задать при помощи клавиши F4. Однако, тепловая обработка при максимальной температуре не может длиться более 20 минут.
- Клавиша **F6** позволяет задать напряженность поля. После нажатия этой клавиши можно ввести требуемую напряженность поля.
- Клавиша **F7** задает частоту.
- Клавишу **F5** нужно нажать в случае согласия на ввод данных целой таблицы. Спустя 30 секунд, при отсутствии каких-либо действий со стороны оператора программа продолжает выполнение операций. На экране появляется следующее меню

1 Menu 2 CStd 3 CAL 4 5 START 6 7 8 9 10 EXIT

Key F10 - Exits the program.

Клавиша F1 – Возврат в исходное меню.

Клавиша F2 – Номинальное значение калибровочного эталона

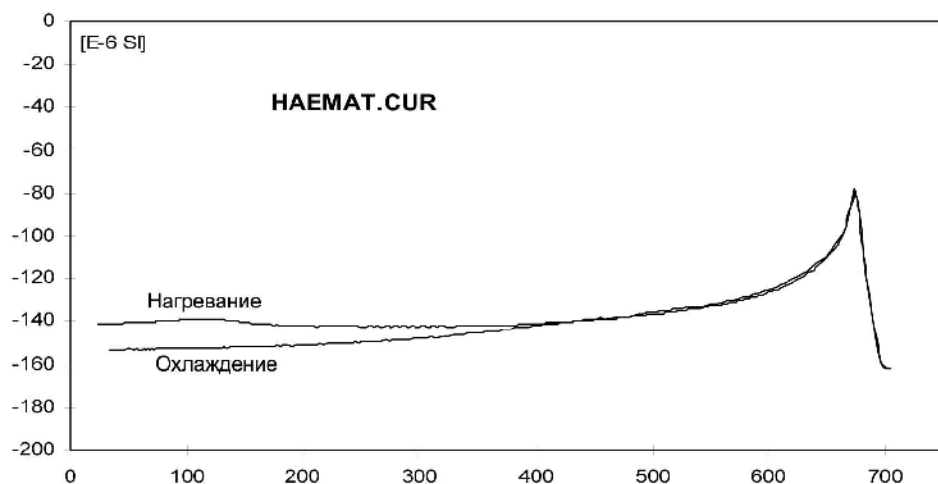
Клавиша F3 – Порядок калибровки.

Клавиша F5 – Активизация процедуры измерения.

Примечание: Клавиши F3 и/или F5 не доступны в том случае, если номинальное значение калибровочного эталона и коэффициент усиления прибора не сохранены в файле конфигурации SUFYTE.SAV.

После приведения в действие клавиши **F5 (START)** программа начинает измерение характеристик образца. До того, как будет нажата клавиша F5, необходимо, чтобы порошкообразный образец находился в измерительном контейнере, термометр был вставлен в образец, а контейнер был помещен в печь. В процессе измерения экран компьютера выглядит так, как показано на примере. Кривая охлаждения показана на экране пунктирной линией.

C:\MFK\SUFYTE\xxx.cur 200 A/m F1 Water Flow 0.75 l/min
Temp: 52.5 °C Heat: 420 mA H= 100 Heat Rate: 3 Tmax:700 Tmin:40



423: susc Re / Im: -158.9 E-06 / 45 E-09 Water: 0.75 l/min Linger: 0 min
1 Menu 2 3 4 5 **STOP** 6 7 8 9 10

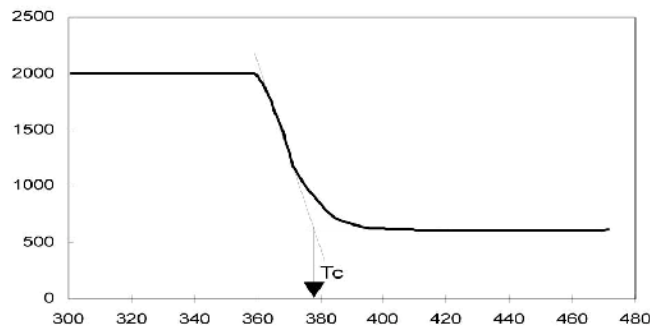
- Измерение можно в любой момент прервать при помощи клавиши **F5 (STOP)**. Команда STOP должна быть подтверждена в пределах 10 с. В противном случае измерение продолжается. Нагревание прекращается, но программа не прекращает работу до тех пор, пока температура не опустится ниже 100°C.



- До тех пор, пока программа не завершит работу, не производите никаких манипуляций с измерительной трубкой и с термометром.
- Сообщение ****BULK** в самой нижней строке в процессе измерения меняется на сообщение *Zeroing in progress...* (Выполняется обнуление). Это сообщение информирует оператора о текущей операции. Сообщение *Transferred* информирует нас о том, насколько большая часть сигнала передана из измерительного блока для дальнейшего анализа во время каждого измерения объемной восприимчивости (Bulk). Сообщение *Range* информирует нас о том,

какой диапазон измерений установлен функцией автоматического выбора диапазона для измерения характеристик образца. Самое левое число в нижней строке (в нашем примере 423) представляет собой последовательный номер измерения пары значений восприимчивости и температуры.

- Элемент *susc.* – это измеренное значение полной восприимчивости, а элемент *Temp* – это измеренное значение температуры (в градусах по стоградусной шкале). Элемент *Heat* содержит информацию величине тока нагревания (в мА и произвольных единицах – ступенях автотрансформатора, осуществляющего ступенчатое управление электродвигателем). Элементы *Tmax* и *Tmin* являются, соответственно, заданными значениями максимальной и минимальной температур.
- Значения *Tmax* и *Tmin* также можно изменить в процессе измерения после нажатия клавиши **F1**. Измерение приостанавливается на короткое время, задаются новые значения температур, после чего измерение продолжается. Следует особо подчеркнуть, что максимальная температура не может быть выбрана ниже фактической температуры в процессе измерения.
- В ходе измерения автоматически вычерчивается термомагнитная кривая. Компьютер сам выбирает наиболее подходящую шкалу восприимчивости, в то время как температурная шкала всегда остается одной и той же, то есть, от 0 до 700°C. Если оператор захочет изменить шкалу восприимчивости, ему нужно нажать клавишу **F1** и вручную откорректировать шкалу восприимчивости.
- Здесь следует подчеркнуть, что измеренные значения восприимчивости представляют собой так называемую полную восприимчивость (то есть, не скорректированные по объему или массе образца). Эти значения восприимчивости сохраняются в файле и отображаются на экране. Если пользователя интересует объемная восприимчивость, ему нужно ввести в файл данные об объеме образца (или о его массе и плотности) или об объемной восприимчивости образца, измеренного при комнатной температуре. Это можно сделать после измерения при помощи программы CUREVAL, которая позволяет представить термомагнитные кривые различными способами (с поправкой на пустую печь, сглаживание, и т.д.)
- На представленном ниже рисунке проиллюстрирован способ определения температуры Кюри по измеренной кривой. Нужно отметить, что этот способ не единственный. В качестве температуры Кюри иногда используют также точку перегиба. В этом случае ее значение немного ниже.



Калибровка

При выполнении этой процедуры следуйте указаниям на экране. Эта калибровка выполняется для значения объемной восприимчивости вдоль вертикальной оси калибровочного эталона. Эталон крепится в ручном держателе **вертикально** (в положении измерения № 1). Калибровку производите спустя, как минимум, 10 минут после прогрева прибора. В общем случае рекомендуется производить калибровку моста каждый день перед началом работы. Однако, поскольку изменения коэффициента усиления прибора обычно очень малы, а также в случае, когда абсолютная величина восприимчивости не имеет большого значения (как например, при измерении температурных изменений восприимчивости), нет необходимости производить калибровку моста каждый день. Калибровка прибора должна производиться каждый раз после смены частоты. Программа проверяет и показывает дату последней калибровки и рекомендует произвести калибровку, если последний раз она проводилась более 100 дней назад.

Описание файла данных

Полученные во время измерения данные сохраняются в файлах прямого доступа ASCII, которые создаются автоматически во время измерения. В каждом файле содержатся данные об одном образце, и такой файл имеет расширение **.CUR** для данных, полученных при высокой температуре, и расширение **.CLW** для данных, полученных при низкой температуре.

- Первая запись содержит сокращенные наименования параметров, сохраненные в отдельных колонках.
- Вторая и остальные записи содержат значения измеренных и рассчитанных параметров (это делается позже, при помощи программы Cureval), указанных в следующей таблице.

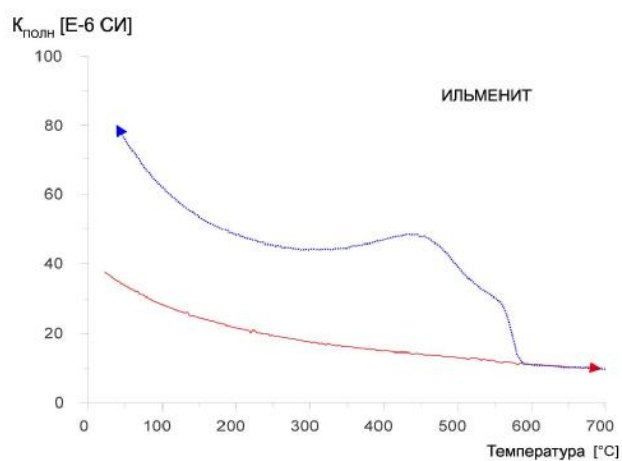
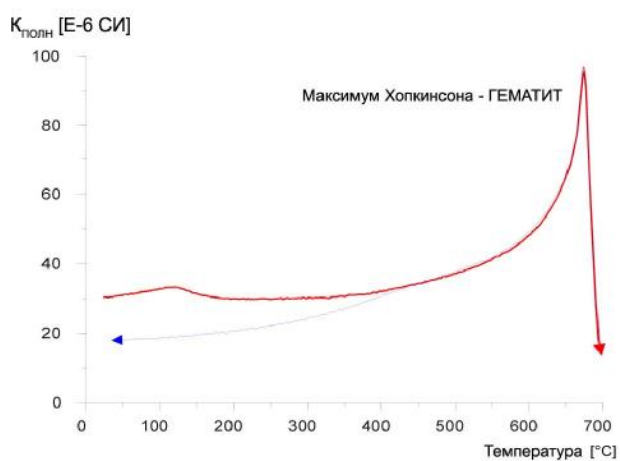
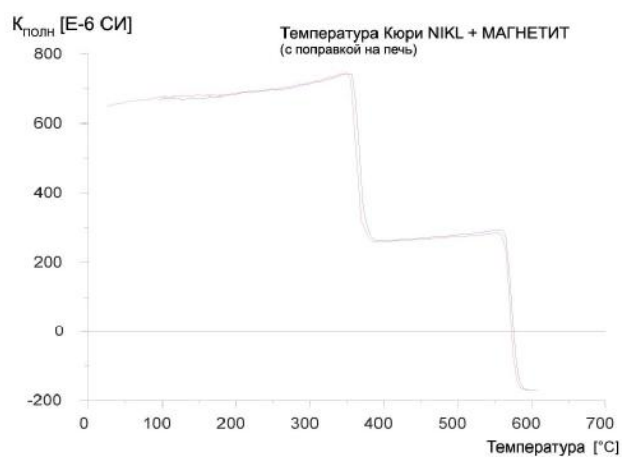
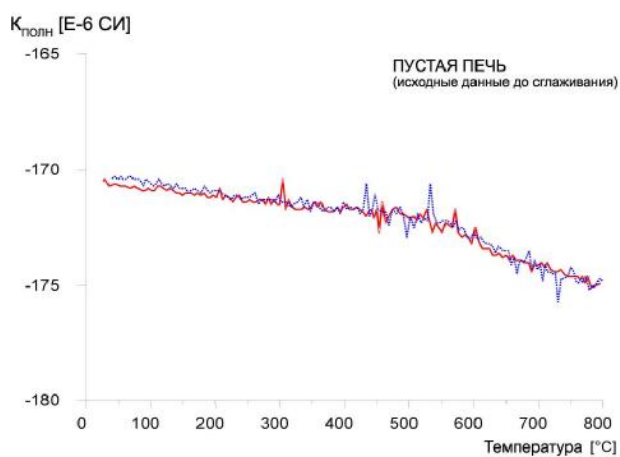
<i>Сокращенное наименование</i>	<i>Длина</i>	<i>Сохраненный параметр</i>
TEMP	9 байт	температура (в градусах Цельсия)
TSUSC	9	полная синфазная восприимчивость без поправки

CSUSC	10	полная восприимчивость с поправкой на пустую печь
NSUSC	6	восприимчивость, нормированная по максимальной величине
BULKS	12	объемная восприимчивость
FERRT	9	полная восприимчивость отдельного ферромагнитного состава
FERRB	9	объемная восприимчивость отдельного ферромагнитного состава
TIME	7	время измерения (в секундах)
(AUXI)	9	вспомогательные данные

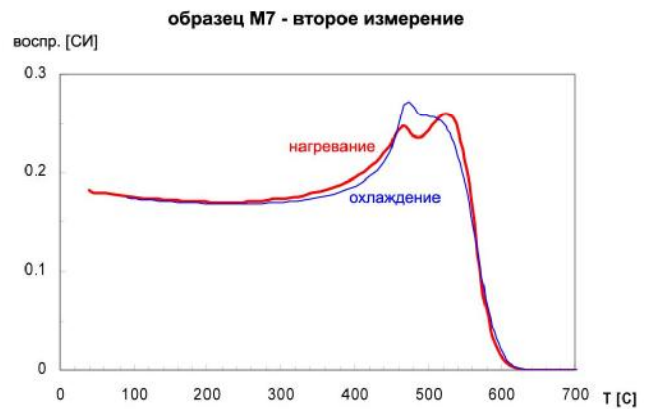
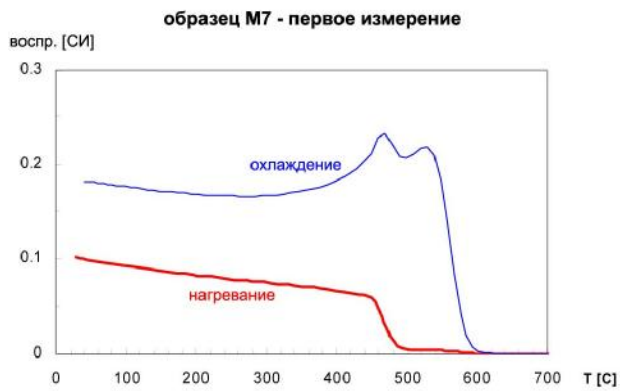
- Колонка, содержащая вспомогательные данные, озаглавлена не *AUXI* – ей присвоено название свободной печи, по которой корректировались измеренные данные (F20056 в показанном ниже примере). Значения восприимчивости, за исключением нормированных, имеют порядок 10^{-6} единиц СИ. Файл выглядит следующим образом:

TEMP	TSUSC	CSUSC	NSUSC	BULKS	FERRT	FERRB	TIME	F20056
21.2	-164.4	12.94	.650	815.0	2.3	147.2	0	815
21.5	-164.4	12.74	.640	802.4	2.1	135.3	16	.170

Примеры высокотемпературных измерений при помощи устройства CS4



Следующие примеры иллюстрируют, как некоторые материи могут возникать и/или распадаться во время первого нагревания. Результаты повторного измерения однажды уже измеренного образца могут отличаться от первоначальных результатов. В связи с этим расшифровка кривых является не вполне ясным и простым делом.



Измерение низкотемпературного изменения магнитной восприимчивости

Программа SUFYTE служит для оперативного измерения температурного изменения магнитной восприимчивости посредством устройства CS4 и прибора Каррабридж версии MFK1-FA или MFK1-A, в диапазоне температур от -192°C до температуры окружающей среды. Для использования этой программы нужна операционная система MS-DOS версии 4.0 или выше, и графический адаптер VGA. Кроме того, программа может работать с операционной системой MS-WIN, но в этом случае все возможные средства сохранения должны быть выключены.

Использование программы SUFYTE для выполнения измерений в диапазоне низких температур мало отличается от работы в диапазоне высоких температур. Опущены лишь некоторые параметры, которые не имеют смысла для низкотемпературных измерений.

Работа с программой

- Установите высокотемпературную печь в резервное положение, не подключая ее. Если во время последнего сеанса измерений вы использовали программу SAFYR с выключенной функцией U/D (пластмассовый цилиндр может по-прежнему находиться в катушке), извлеките пластмассовый цилиндр из катушки.
- Установите криостат в держателе и присоедините 9-контактный разъем, расположенный на верхней стороне измерительного блока.
- Проверьте, правильно ли сориентирован криостат относительно выемки, и не повреждена ли трубка для отвода жидкого азота. Проверьте также, подключен ли температурный датчик.
- Включите прибор Каррабридж (блок питания EA-PS должен быть всегда включен (ON), он дистанционно управляется устройством CS4).
- Запустите программу SUFYTE.EXE.
- После запуска программы автоматически проверяется соединение прибора с компьютером по каналу последовательной связи RS-232 COM1 или COM2.
- Если связь в норме и инициализация прибора Каррабридж прошла успешно, программа инициализирует блок CS4, и проверяет подключенное в данный момент устройство (печь или криостат), требуя подтверждения или внесения изменения.
- При отсутствии проблем с инициализацией появляется исходное меню. Предварительно должен быть введен маршрут вывода файла, имя файла образца, и название печи/криостата для последующей корректировки.
- Если все в порядке, подготовьте образец и вставьте в криостат измерительную трубку с термометром.

- Калибровка может быть выполнена только в том случае, если температура в криостате выше 5°C. Если вы хотите откалибровать прибор, это нужно сделать перед началом ежедневного сеанса измерений.
- Следуйте указаниям на экране компьютера.



- Заливайте жидкий азот **очень медленно**, дождитесь, пока не установится нужная температура.



- Заливайте такое количество жидкого азота, чтобы его уровень был не выше места, где увеличивается диаметр белого тефлонового корпуса.
- После достижения минимальной температуры компьютер издает звуковой сигнал – это означает, что нужно быть готовым подать газообразный аргон для выдавливания азота из криостата.
- Дождитесь сообщения «Apply Argon and Start Measurement» (Подайте аргон и начните измерение), и включите подачу газообразного аргона в течение примерно 3 секунд, с расходом около 20 л/мин. Подождите несколько минут и повторите подачу аргона еще два или три раза. В то время, когда в криостат подается аргон, нажмите пальцем на отверстие спереди, чтобы увеличить давление аргона в криостате и облегчить опорожнение криостата.
- Если в криостате больше не осталось жидкого азота, начните измерение нажатием клавиши F5 (START).
- Во время измерения вы можете изменить значение параметра T_{max}, а также шкалу на оси восприимчивости (в единицах СИ).

Примеры низкотемпературных измерений при помощи устройства CSL

