

TDK-dolgozat

2024



PANNON EGYETEM

MÉRNÖKI KAR



DC MÁGNESES SZUSZCEPTOMÉTER FEJLESZTÉSE MÁGNESES FOLYADÉKOK VIZSGÁLATÁRA

Máté Ferenc

Konzulens: Horváth Barnabás

Kézirat lezárásának dátuma: 2024.12.20.

TARTALOMJEGYZÉK

Tartalom

ABSZTRAKT	IV
BEVEZETÉS	2
1. IRODALMI HÁTTÉR	2
1.1. MÁGNESES SZUSZCEPTIBILITÁS	4
1.1.1. <i>Mágneses anyagok osztályozása</i>	5
1.1.2. <i>Mágneses szuszeptibilitás mérési elve</i>	7
1.1.3. <i>Szuszeptibilitás mérési módszerei látszólagos tömegváltozás alapján</i>	8
1.2. MÉRŐESZKÖZ FELÉPÍTÉSE	9
1.2.1. <i>Az elektromágnes és a tápegység</i>	9
1.2.2. <i>Analitikai mérleg és a térerősségmérő</i>	11
1.3. A SZOFTVER ÉS HARDVER KAPCSOLATA	13
1.3.1. <i>Szoftver felépítése</i>	15
1.3.2. <i>LabVIEW kezelőfelület</i>	18
1.3.3. <i>Fizikai megvalósítás</i>	19
1.4. MÉRÉSEK ÉS EREDMÉNYEK	22
1.4.1. <i>Tömör réz és alumínium rúd szuszeptibilitás mérési eredményei</i>	22
1.4.2. <i>Ferrofluidumok és a mérési eredményei</i>	25
1.5. ÖSSZEGZÉS	28
IRODALOMJEGYZÉK	29

ABSZTRAKT

A TDK dolgozatom célja egy mágneses szuszceptométer elkészítése, mely különböző mágneses anyagok (elsősorban mágneses folyadékok, magnetoreológiai folyadékok, és elasztomerek) szuszceptibilitásának mérésére szolgál. A mágneses szuszceptibilitás pontos ismerete sok esetben fontos, mint például a mágneses nanorészecskéket tartalmazó ferrokolloidok esetén, ahol a hőtermelő képesség elsősorban a mágneses tulajdonságaiktól (AC és DC szuszceptibilitás) függ. A mágneses nanorészecskék szuszpenzióinak AC mágneses szuszceptibilitása frekvencia csökkenésével egyre pontatlanabbul mérhető (1 kHz alatt) így az AC szuszceptibilitás mérésével a DC szuszceptibilitás csak pontatlanul becsülhető. Ezért az ilyen anyagok mágneses tulajdonságainak meghatározására az AC szuszceptibilitás méréseket kiegészítve a DC szuszceptibilitás mérése is elengedhetetlen. A mágneses tulajdonságoktól függő hőtermelő képességüket az orvostudományban mágneses hipertermiás kezelések formájában lehet gyógyítási célra felhasználni. Az orvosi célú mágneses hipertermia lényege, hogy az emberi testbe jutatott nanorészecskék képesek lokalizálni és helyileg szelektálva elpusztítani a daganatos sejteket. Működésüknek az alapja, hogy ezek a részecskék váltakozó mágneses térbe helyezve hőt termelnek, így felhevíthetjük (42-45°C) az adott részecskéket, hogy ezzel elpusztítsuk a célzott szöveteket. Az általam elkészített szuszceptométer Gouy-módszeren alapul, mely jó érzékenységgel és pontossággal rendelkezik. A módszer lényege, hogy az anyagot homogén mágneses térbe helyezve az arra ható erő következtében a minta súlya megváltozik, ami alapján meghatározható a DC szuszceptibilitás. A méréshez a mágneses teret egy elektromágnessel állítjuk elő, emellett egy nagy pontosságú analitikai mérleget és egy térerősségmérő berendezést alkalmazunk. A mintákat a mérlegre akasztva helyezzük be homogén mágneses térbe, a (sík) mágneses pólusok közé. Az adott anyag szuszceptibilitásának meghatározásához a mért súlyváltozás mellett a térerősség ismeretére is szükség van. A mérőberendezés vezérlésére, adatgyűjtésre és adatfeldolgozásra LabVIEW programozási környezetben szoftvert fejlesztettem. Megoldandó feladataim között szerepelt a készülék kalibrálása is.

BEVEZETÉS

Mechatronikai mérnök hallgatóként nagy érdeklődést mutattam az elektronika és a mágnesesség területe iránt. Ezen gondolataimat tetőzte az, amikor mágneses anyagok vizsgálatáról szóló témát találtam a Pannon Egyetem egyik kutatócsoportjánál. Számomra nagy motivációként hatott, hogy nem csak mágneses anyagok vizsgálatával foglalkozhatok, hanem ezen anyagok alkalmazása orvostudományi területen, emberek gyógyászatában történik.

A mágneses folyadékok szuszceptibilitásának mérése kiemelten fontos, és számos alkalmazott magnetométer áll rendelkezésre e célra. Ugyanakkor ezek az eszközök rendkívül drágák (megközelítőleg 50 millió forint), ami korlátozza használatukat, és csak kevés laboratóriumban érhetőek el ilyen mérések. Kutatócsoportunk a mágneses ferrofluidumok szuszceptibilitásának, mágneses hipertermiájának kísérleti vizsgálatára és hőtermelő képességének elméleti modellek alapján történő becslésével foglalkozik, ezért ez az eszköz rendkívül fontos lehet számunkra, mivel ezen paraméterek meghatározóak az ilyen folyadékok gyakorlati, mint pl. orvosbiológiai, és gyógyászati alkalmazása szempontjából.

A szuszceptibilitás ismerete kulcsfontosságú az említett vizsgálatok elvégzéséhez, mivel a DC szuszceptibilitás alapján a mágneses folyadékok részecskeméret-eloszlása (magnetogranulometria) is meghatározható. Ez az információ különösen lényeges az orvosi célú mágneses hipertermia alkalmazásaiban, ahol a részecskeméret optimalizálása alapvető szerepet játszik a hatékonyság növelésében.

Szuszeptibilitás mérésnél megkülönböztetjük az állandó és változó mágneses terű szuszceptibilitás mérést. AC szuszceptibilitás mérésnél egy állandó amplitúdójú szinuszos mágneses mezőt alkalmazunk a mintán. Azonban az AC szuszceptibilitás mérése kis frekvenciánál egyre pontatlanabban mérhető, így a pontos méréshez szükségünk van a DC szuszceptibilitás mérésre is.

DC szuszceptibilitás mérésére több már alkalmazott módszer is létezik, én ezen módszerek közül a Gouy-módszert szeretném megvalósítani, majd esetlegesen összehasonlítani a különböző mérési módszerek eredményeit, hatékonyságukat és pontosságukat.

Ezen módszer alapján egy olyan berendezést szeretnék tervezni, mely képes bármely mágneses térben elhelyezett anyag szuszceptibilitását mérni, első sorban

szuperparamágneses anyagok mérésére fókuszálva. Olyan ferrofluidumok mérésére alkalmas mérőműszert szeretnék tervezni, amelynek méréstartománya a 0,1-10 szuszceptibilitás tartományt is lefedi.

Elvárt szempont az előzőleg említett méréstartományban a készülék 10%-os pontossággal legyen képes meghatározni a DC szuszceptibilitást.

Ehhez felhasználtam egy analitikai mérleget, egy térerősségmérőt és egy elektromágnezt. Az analitikamérlegre helyezett minta a mágneses térben látszólagosan megváltoztatja a tömegét, mely függ az anyagi jellemzőktől, illetve az előjele attól, hogy dia vagy paramágneses anyagról beszélünk.

A mérőrendszer szoftveres oldalát egy a berendezéssel soros porton kommunikáló számítógép végzi, mely vezérléséért felelős program LabVIEW fejlesztőkörnyezetben készült.

Az eszköz továbbfejlesztésére is van lehetőség. Elsősorban egy a számítógépet helyettesítő érintőképernyős felületet szeretnék tervezni, mely főprogramja Raspberry PI-on futna. Ezen egy grafikus felület lenne látható mely biztosítja az egyszerű és gyorsan kezelést bárki számára.

1. IRODALMI HÁTTÉR

1.1. MÁGNESES SZUSZCEPTIBILITÁS

Egy H erősségű mágneses térbe helyezett anyagban M mágnesezettség (azaz mágneses momentum térfogategységenként) indukálódik, amely H -val az

$$M = \chi \cdot H \quad (1)$$

egyenlet szerint áll kapcsolatban, ahol χ -t térfogati szuszceptibilitásnak nevezik. Mivel H és M ugyanazokkal a dimenziókkal rendelkeznek, χ dimenzió nélküli. A mágneses szuszceptibilitás egy mérőszámként fogalmazható meg, mely mágnesezettség és a térerősség közötti arány lesz, mely egy egyszerű osztályozást tesz lehetővé a mágneses térre adott válasz alapján.

Az anyagban lévő egyedi atomi mágneses momentumok hozzájárulnak a mágneses indukcióhoz:

$$B = \mu_0 \cdot (H + M) = \mu \cdot \mu_0 \cdot H \quad (2)$$

ahol μ_0 a vákuum permeabilitása, $\mu = 1 + \chi$ a relatív permeabilitás és a mágnesezettség $M = \frac{m}{V}$ az egységnyi V térfogatra jutó m mágneses momentum.

Az egyik zavaró tényező a szuszceptibilitással kapcsolatban az, hogy a mennyiség kifejezését lazán használják három különböző fogalomra – a térfogati, a tömeg, és a moláris szuszceptibilitásra. Az (1) képlet alapján definiált mennyiség a térfogati szuszceptibilitásra vonatkozik, amely dimenziótlan mennyiség SI-ben, mind CGS rendszerben egyaránt. A tömeg, és a moláris szuszceptibilitás kifejezhető, mint mágnesezettség per tömeg vagy per mol, és ezek nem dimenziótlan mennyiségek. A fogalom, mint szuszceptibilitás többértelmű lehet addig amíg ki nincs emelve, hogy moláris, tömeg vagy térfogati szuszceptibilitásról beszélünk akár SI, akár CGS vagy bármilyen más rendszerben. A moláris szuszceptibilitás χ_M , amelyet az alábbiakban definiálunk:

$$\chi_M = \chi \cdot V_m = \chi \cdot \frac{M}{\rho} \quad (3)$$

Ahol a V_m a moláris térfogata az anyagnak, M a moláris tömeg és a ρ a sűrűség. CGS rendszerben a χ_M mértékegysége $\frac{cm^3}{mol}$, SI rendszerben pedig $\frac{m^3}{mol}$ [3]. Ezek közötti kapcsolatot az 1. táblázatban foglaltam össze.

Mennyiség	Jel	Definíció	SI egység ^c	CGS egység ^a
Szuszeptibilitás ^b	χ	$\chi = \frac{M}{H}$		$\frac{emu}{cm^3}$
Tömeg Szuszeptibilitás	χ_ρ	$\chi_\rho = \frac{\chi}{\rho}$	$\frac{m^3}{kg}$	$\frac{emu}{g}$
Moláris Szuszeptibilitás	χ_M	$\chi_M = \frac{\chi \cdot M}{\rho}$	$\frac{m^3}{mol}$	$\frac{emu}{mol}$

ρ – sűrűség, M – moláris tömeg $\frac{g}{mol}$ CGS-ben és $\frac{kg}{mol}$ SI rendszerben

a: CGS rendszerben több alternatíva található a mértékegységekre

b: A térfogati és mágneses szuszeptibilitásra gyakran csak szuszeptibilitásként hivatkoznak

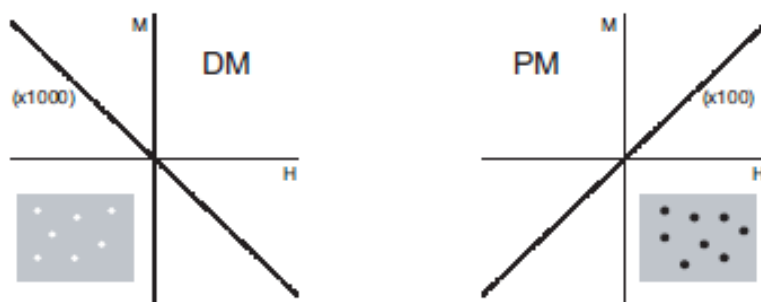
c: A $\frac{cm^3}{g}$ és a $\frac{cm^3}{mol}$ egységek használatban vannak az SI rendszerben is

1. táblázat Térfogati, tömeg és moláris szuszeptibilitás [1]

1.1.1. Mágneses anyagok osztályozása

Minden anyagnak van valamilyen mértékű mágnesezettsége, és válaszuk az atomi szerkezetüktől és hőmérsékletüktől függ. Ezeket kényelmesen osztályozhatjuk térfogati mágneses szuszeptibilitása alapján, χ , ami leírja a H által indukált mágnesezettséget egy anyagban (lásd (1) egyenlet). SI egységekben χ dimenzió nélküli, és mind az M , mind a H $\frac{A}{m}$ -ben van kifejezve. A legtöbb anyag kevés mágnesességet mutat, és még akkor is csak egy külső tér jelenlétében; ezeket vagy paramágneseknek, ahol pozitív a szuszeptibilitás és nagyságrendje 10^{-6} -tól 10^{-1} -ig terjed, vagy diamágneseknek sorolják be, ahol pedig a

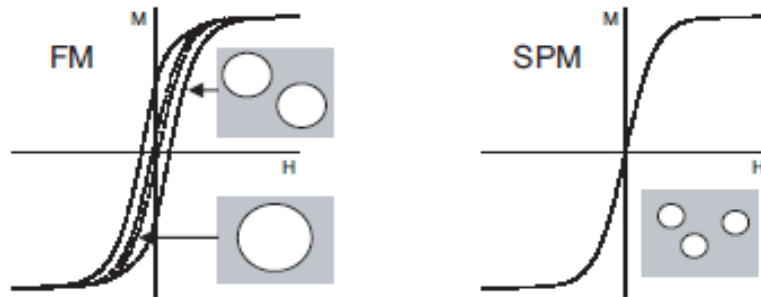
szuszeptibilitás negatív, nagyságrendje pedig -10^{-6} -tól -10^{-3} -ig terjed.



1. ábra: Dia és paramágneses anyagok mágnesezettsége a télerősség függvényében

Azonban néhány anyag rendezett mágneses állapotokat mutat, és mágnesesek még akkor is, ha nincs rá külső tér alkalmazva; ezeket pedig ferromágneseknek, ferri- és antiferromágneseknek sorolják, ahol az előtag a kölcsönható elektronok természetére utal az anyagban. Ez a kapcsolat nagy spontán mágnesezettséget eredményez; a ferromágneseknél az M tipikusan 10^4 -szer nagyobb, mint más anyagok esetében. A rendezett anyagokban a szuszeptibilitás nem csak a hőmérséklettől függ, hanem H -tól is, ami a M - H görbe jellegzetes szigmoid alakját eredményezi, ahol M egy telítési érték felé közelít nagy H értékeknél. Ebben az esetben az M és a H közötti összefüggés nem lineáris, és a szuszeptibilitás értéke $\chi = \frac{dM}{dH}$ képlettel lesz kiszámolható. Továbbá, a ferromágneses és ferri- és antiferromágneses anyagoknál gyakran láthatunk hiszterézist, amely az M mágnesezettség folyamatában megjelenő reverzibilitás, és amely összefügg a mágneses doménfalak rögzülésével az anyagban lévő szennyeződéseknel vagy szemcsehatárnál, valamint az intrinzikus hatásoknál, mint a kristályos rács mágneses anizotrópiája. Ez nyitott M - H görbéket eredményez, amiket hiszterézis hurkoknak neveznek. Ezeknek a hurkok alakját részben a részecskeméret határozza meg: nagy részecskék esetén (körülbelül mikrométeres méret vagy nagyobb) több-doménés állapot van, ami egy szűk hiszterézis hurkot eredményez, mivel viszonylag kevés energiára van szükség a doménfalak mozgatásához; míg kisebb részecskéknél egy-domén állapot van, ami egy széles hiszterézis hurkot eredményez. Még kisebb méretek esetén (10 nm-es nagyságrend vagy annál kisebb) szuperparamágnességet lehet látni, ahol a részecske egészének a mágneses momentum szabadon oszcillálhat a hőenergiára adott válaszként, miközben az egyedi atomi momentum relatíve rendezett állapotban maradnak egymáshoz képest. Ez egy hiszterézis nélküli, de még mindig szigmoidális M - H görbét eredményez, amit a 2. ábra mutat.

M-H görbén látható, hogy abban az esetben amíg para- vagy diamágneses anyagokról beszélünk a görbének a meredeksége nem függ a térerősség értékétől (lásd 1. ábra), de ha ferromágnesekről vagy szuperparamágnesekről beszélünk, a szuszceptibilitás értékét nagyban befolyásolja a térerősség nagysága (lásd 2. ábra).



2. ábra: Ferromágneses és szuperparamágneses anyagok mágnesezettsége a térerősség függvényében

1.1.2. Mágneses szuszceptibilitás mérési elve

Tegyük fel, hogy az anyag egy hosszú rúd, amelynek keresztmetszete A , függőlegesen van felfüggesztve egy elektromágnes pólusai közé. Amikor az áram áthalad a tekercsen, a mező vonzani vagy taszítani kezdi a rudat, attól függően, hogy dia- vagy paramágneses anyagról beszélünk. Ez a függőleges irányú erő a mágnes nem egyenletes teréből adódik. Megállapíthatjuk az erő nagyságát, ha kiszámítjuk a minta potenciális energiaváltozását amikor kis mértékben (Δx) lefelé mozog. Egy ilyen elmozdulás nettó hatása az, hogy egy extra $A \cdot \Delta x$ térfogatot juttatunk a pólusok közötti tartományba, ahol a B mágneses indukció egyenletes. Mivel a rúd szuszceptibilitása χ_B nagyon kicsi, ezért feltételezhetjük azt, hogy a mágneses mező erőssége a pólusok közötti térben nem változik akkor sem, ha a rúd nincs jelen, vagyis a rúd nem befolyásolja a mező nagyságát. Ezért a rúd mágnesezettsége $M = \chi_B \cdot \frac{B}{\mu_0}$. Az m dipólus potenciális energiája egy B mágneses térben megadható mint $-m \cdot B$.

A munkát, amelyet a mágnesezettség M kialakításához végzünk, az energia változása határozza meg egységnyi térfogatra

$$-\int_0^B m \cdot dB = -\chi_B \cdot \frac{B^2}{2 \cdot \mu_0} \quad (4)$$

A rúd mágneses potenciális energiája $U_p = \frac{-\chi_B \cdot B^2 \cdot A \cdot \Delta x}{2 \cdot \mu_0}$ változik amikor a rúd Δx irányába mozdul. A rúdra ható erő számolható

$$F = -grad U_p, \quad (5)$$

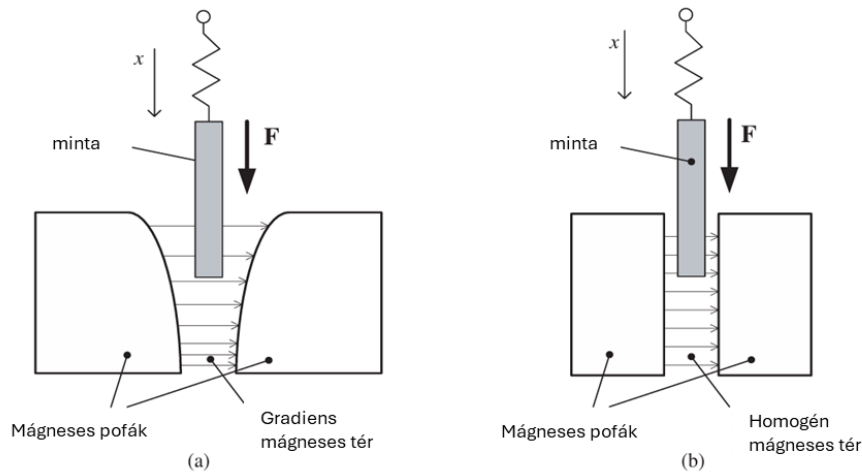
vagy

$$F = \frac{\chi_B \cdot B^2 \cdot A}{2 \cdot \mu_0}. \quad (6)$$

Ez az erő mérhető a rúd súlyából, egy érzékeny mérleg segítségével, mágneses tér nélkül és mágneses tér jelenlétében.

1.1.3. Szuszceptibilitás mérési módszerei látszólagos tömegváltozás alapján

A látszólagos tömegváltozáson alapuló szuszceptibilitás mérésére több geometriai elrendezés mellett is megvalósítható, mint pl. Faraday, Gouy, Rankin módszerek.



3. ábra: A Faraday módszer (a), és a Gouy módszer (b) használata szuszceptibilitás mérésére

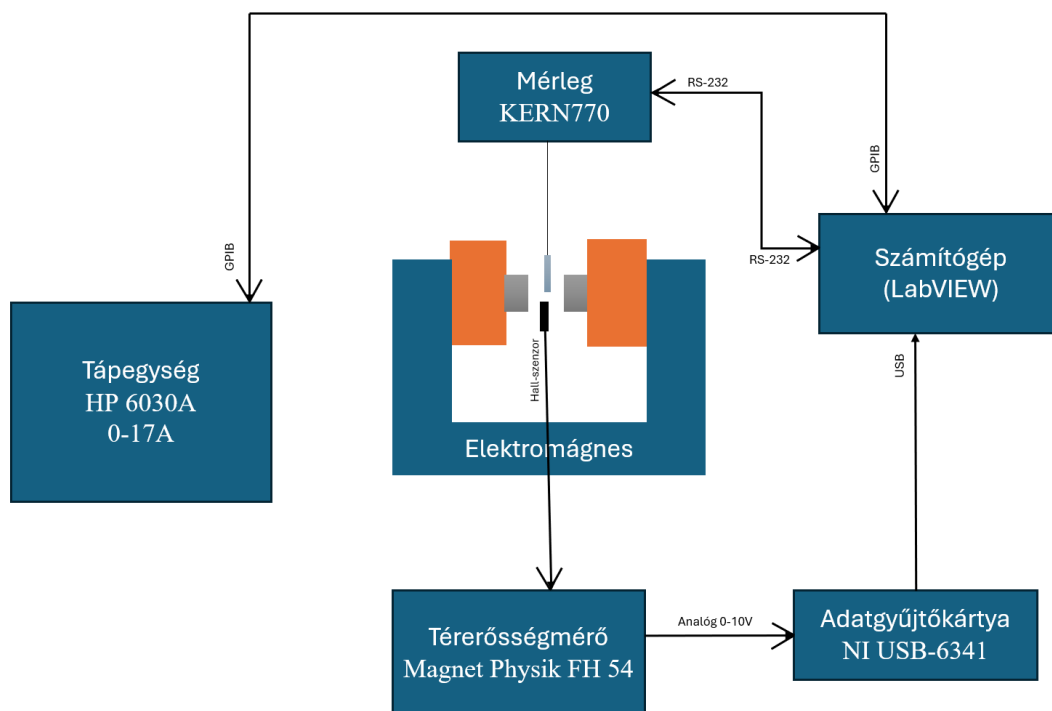
Ezen eljárások nagy része ugyanazon az elven alapul. Én elsősorban a Gouy módszerre fókuszáltam, mely lényegében erőmérésen alapul, mint a többi módszer is, viszont a Faraday módszerrel ellentétben homogén mágneses teret használ. A mágneses térbe helyezett minta tömege látszólagosan megváltozik (Δm), az így keletkezett erőhatásra felírt képlet alapján vagyunk képesek a szuszceptibilitást számolni:

$$F = \Delta m \cdot g = \frac{1}{2} \cdot \mu_0 \cdot \chi \cdot A \cdot (H_1^2 - H_2^2), \quad (7)$$

ahol $F = \Delta m \cdot g$, g a nehézségi gyorsulás, A a minta x irányú felülete, a μ_0 a mágneses permeabilitás, χ a térfogati mágneses szuszceptibilitás és a H_1 , H_2 a mágneses térerősség nagysága a minta két végén. A Gouy módszer esetén a minta félig lóg be a mágneses térbe, ezért H_2 értéke 0 [2].

1.2. MÉRŐESZKÖZ FELÉPÍTÉSE

Az általam megvalósított mérőberendezés a látszólagos tömegváltozás elvét használó Gouy módszerre épül és az sematikus rajza a 3. ábrán látható. A minta egy analitikai mérlegre van felfüggesztve, mely egy elektromágnes pofái közé lóg be. Az elektromágnezt egy nagy teljesítményű tápegység hajtja meg. Mérés közben a mintára ható térerősséget mérjük, mely adatgyűjtő kártyán keresztül csatlakozik a számítógéphez. Az egész rendszer vezérlését egy LabVIEW program végzi.



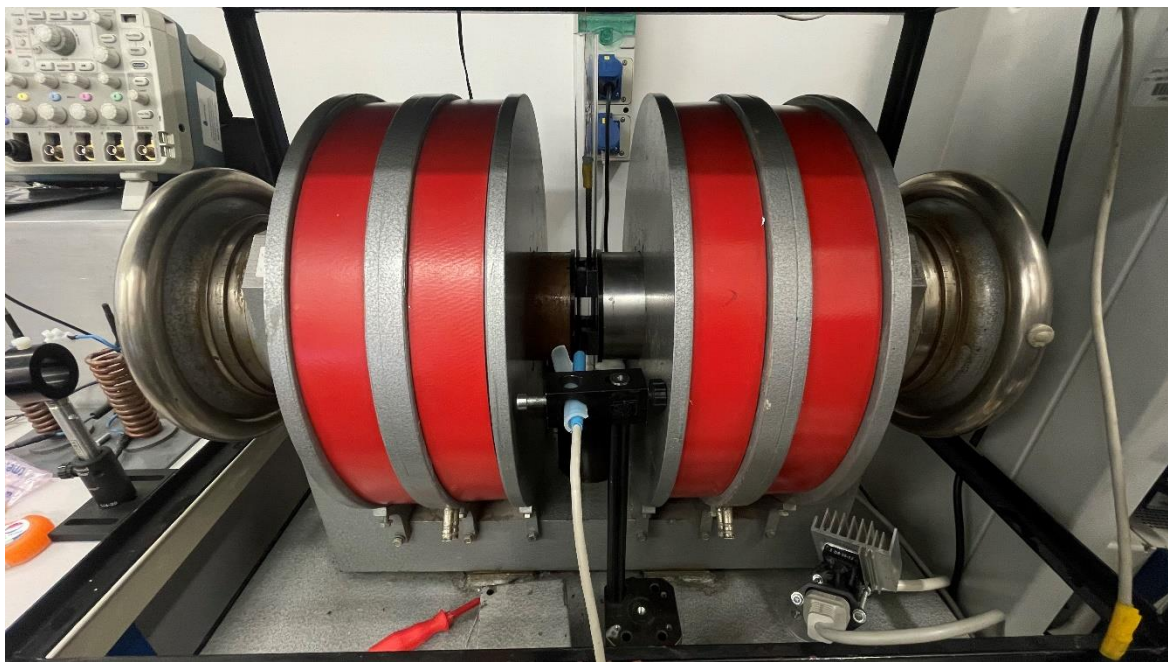
4. ábra A szuszceptométer elvi elrendezése

1.2.1. Az elektromágnes és a tápegység

Az elektromágnes egy olyan típusú mágnes, amelynek mágneses mezőjét elektromos áram hozza létre. Az elektromágnesek általában drótból tekercs formájában készülnek. A drótban áthaladó áram mágneses mezőt hoz létre, amely a tekercs közepén található lyukban

koncentrálódik. A mágneses mező eltűnik, amikor az áramot kikapcsolják. A tekercs által keltett mágneses mező növelhető, ha egy ferromágneses vagy ferrimágneses anyagból, például vasból készült mágneses mag köré van tekercselve.

Az elektromágnes fő előnye a permanens mágnessel szemben az, hogy a mágneses mező gyorsan megváltoztatható az áram szabályozásával a tekercsben. Azonban, ellentétben a permanens mágnessel, amelynek nincs szüksége energiára, az elektromágnes folyamatos áramellátást igényel a mágneses mező fenntartásához. A 4. ábrán látható nagy teljesítményű vasmagos elektromágnessel végeztem a mérést, gyártója VEB Polytechnik, mely sík

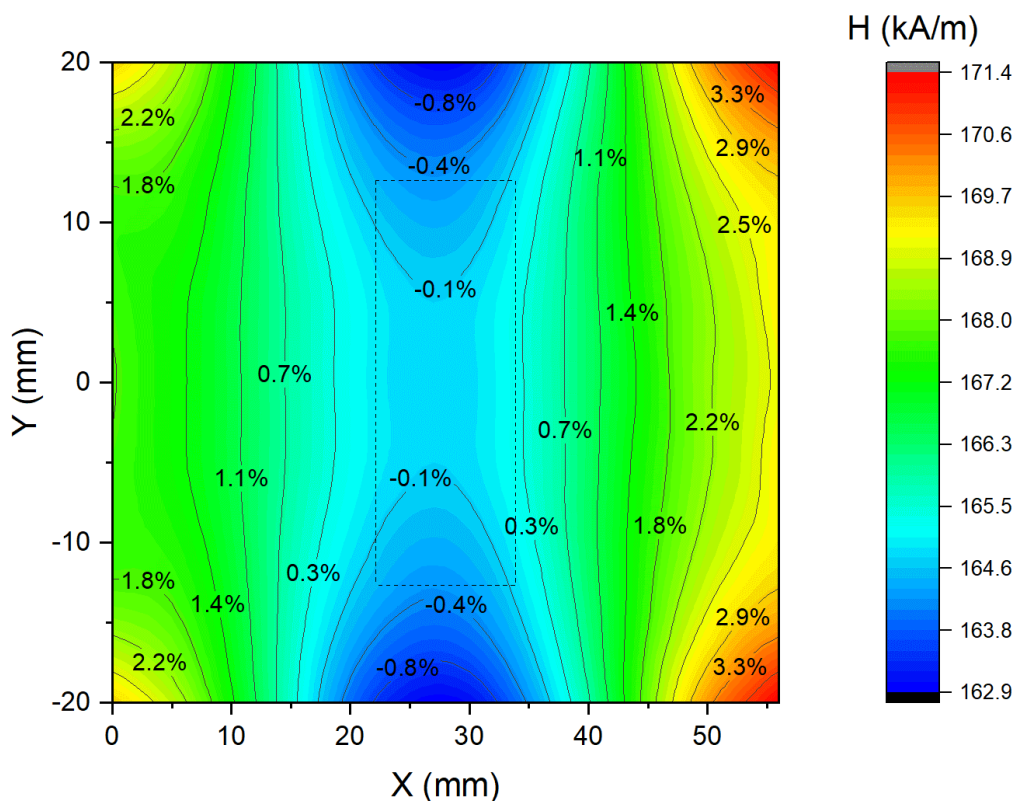


5. ábra: Állítható pofás homogén mágneses terű DC elektromágnes

pofákkal rendelkezik, amik a mágnes oldalán lévő tekerőkarokkal mozgathatók és homogén DC mágneses tér állítható elő. A henger keresztmetszetű pofák átmérője 100 mm, távolságuk 25 mm.

Az elektromágnes meghajtásáról egy HP 6030A típusú nagyteljesítményű tápegység gondoskodott. Ez a tápegység 0 – 200 V feszültségen képes üzemelni, és 0-17 A áramot képes a kimenetre kapcsolni. Maximális teljesítménye 1200 W, és képes GPIB vezérlésű csatlakozásra is. A kis térerősség előállításához (1kA/m alatt) az elektromágnes meghajtását a HP 6030A helyett egy Voltcraft VSP 2403 típusú tápegység biztosította, amellyel az áramerősség finomabban szabályozható.

A mágnes pólusai közötti térerősség homogenitását megmértem és a mérés eredményeit ábrázoltam:



6. ábra Mágnes közötti térerősség homogenitása hő térképen

Az ábrán látható, hogy a minta által elfoglalt térfogatában a tér kevesebb mint 1%-ot változik ezért homogénnek tekinthető.

1.2.2. Analitikai mérleg és a térerősségmérő

A mérésem során egy nagy pontosságú analitikai mérleget és egy térerősségmérőt használtam. A két eszközt csatlakoztattam a számítógéphez, és kinyertem belőle azon mérés adatokat, melyek szükségesek voltak a térfogati mágneses szuszceptibilitás értékének meghatározásához.

Az analitikai mérleg KERN 770, amely a Gouy módszer elve alapján a mintát rá akasztva és mágneses térbe helyezve képes mérni az adott anyag látszólagos tömegváltozását. Az analitikai mérlegek 0,1 mg vagy akár nagyobb pontosságú laboratóriumi felhasználásra alkalmazott mérőeszközök. A mérleg soros porton keresztül kapcsolódik a számítógéphez és a LabVIEW program segítségével vagyunk képesek kommunikálni az eszközzel. A mérleget számítógépen keresztül is lehet vezérelni. A mérleg sajátos formátumú kódjait 7-bites ASCII kódú karakterekké kell átváltani, amit a

számítógépbe táplálva képes értelmezni az eszköz. ASCII táblázat segítségével hexadecimális számformátumban voltam képes a mérlegnek parancsot adni a számítógépen keresztül. A kód felépítése ESC karakterrel kezdődik, utána az adott parancs karaktere



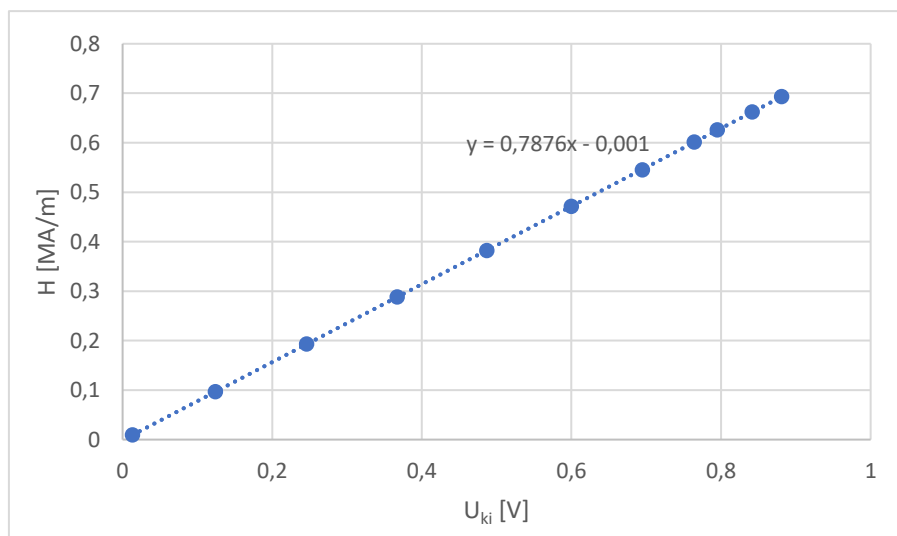
7. ábra KERN770-es nagy pontosságú analitikai mérleg

következik, majd CR és LF-fel zárul a karakterlánc. [10]

A térerősségmérő eszköz pontos megnevezése Magnet Physik FH 54 Teslameter. Az FH 54 egy kézi mérőeszköz a mágneses térerősség és a mágneses indukció mérésére. Különlegességei közé tartozik a magas pontosság, könnyű használat és számos funkció, például a csúcsérték-rögzítés, maximális és minimális értéktárolás, valamint a manuális és automatikus tartományválasztás. Az eszköz rendelkezik analóg kimenettel és számítógépes interfésszel. Különféle Hall-szondák kaphatók hozzá, például nagyon kis aktív területű vagy hőmérséklet-kompenzált szondák. Az FH 54 mérőeszköz képes statikus (DC) és váltakozó (AC) mágneses mezők mérésére, számos funkcióval, mint az automatikus és kézi tartományválasztás, maximális és minimális érték tárolása, valamint beállítható határértékek [11]. Az eszköz analóg kimenetét mértem egy NI-adatgyűjtő kártyával (NI USB-6341), mely alapján ki tudtam számolni a térerősség értékét. Ehhez szükséges kalibrációs egyenes a 8. ábrán látható.



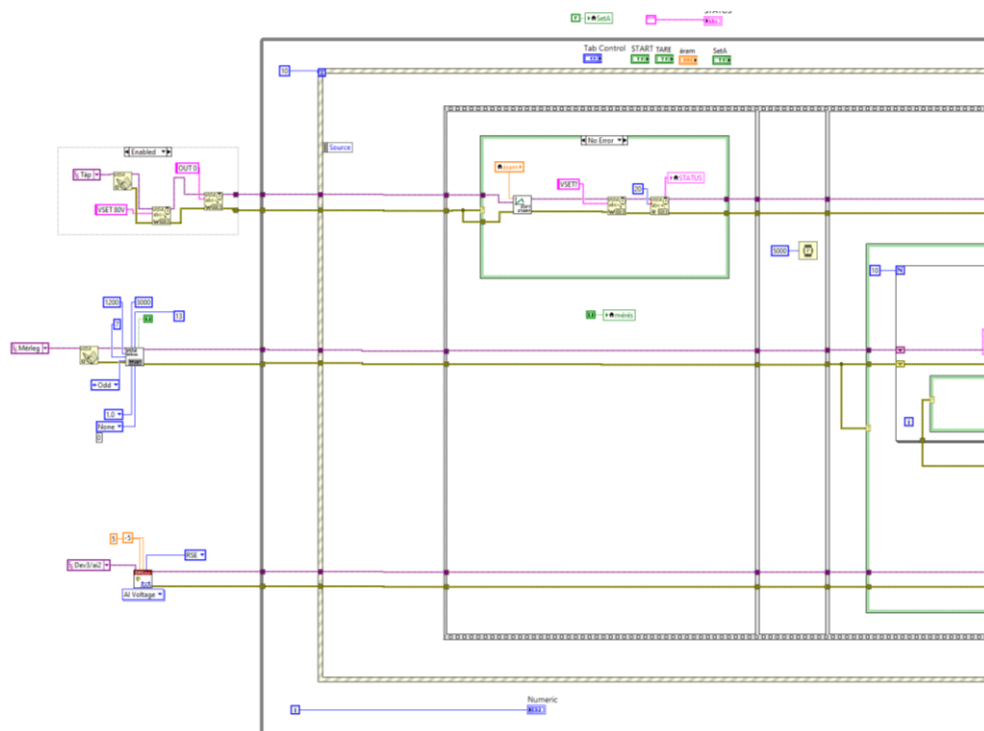
8. ábra: Magnet Physik FH 54 Teslameter



9. ábra: A térerősség az analóg kimeneten mért feszültség függvényében

1.3. A SZOFTVER ÉS HARDVER KAPCSOLATA

A kívánt mágneses szuszceptibilitás mérés elvégzéséhez először össze kelet párosítanom a hardvert és a szoftvert. Első feladatként a LabVIEW programban szerettem volna beállítani a tápegységet, hogy gombnyomásra kapcsoljon a vele összekapcsolt mágnesre áramot. Az áram értéket a kezelőfelületen lehet állítani. Ezen felül a műszer biztonsága érdekében szükségesnek véltem beleírni a programba, hogy lassan növelje fel az áram értékét és majd a mérés végeztével csökkentse azt le. A táppal való kommunikáció kód formájában történt a gyártó által megadott módon.

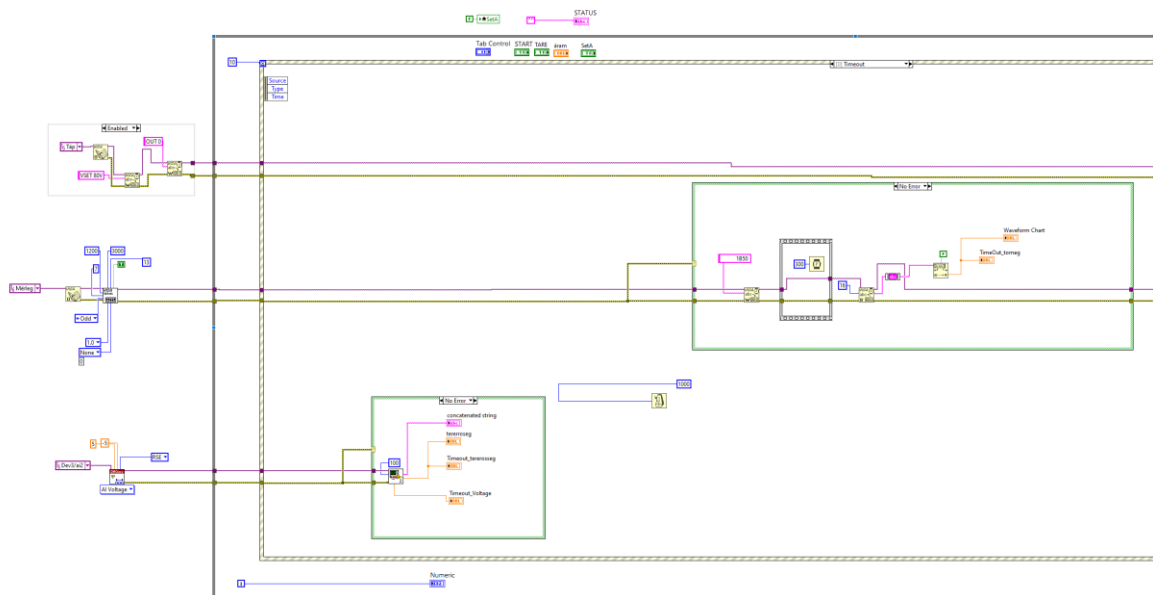


10. ábra: LabVIEW kódrészlet az eszközökkel való kommunikációról

Az analitikai mérleggel való kommunikáció nehézségét az adta, hogy mivel a gyártó nem használt egyéni kódot a soros porton történő kommunikáció során ezért hexadecimális kódok segítségével voltunk képesek kiolvasni és bevinni értékeket a mérlegre. A mérés esetében a mérlegnek a feladata, hogy a mágneses térben helyezett anyag tömegének változását ki tudjuk olvasni a kódban. Ennek értékét a kezelőfelületen is láthatjuk, valamint egy tárázó funkció is beépítésre került a programban.

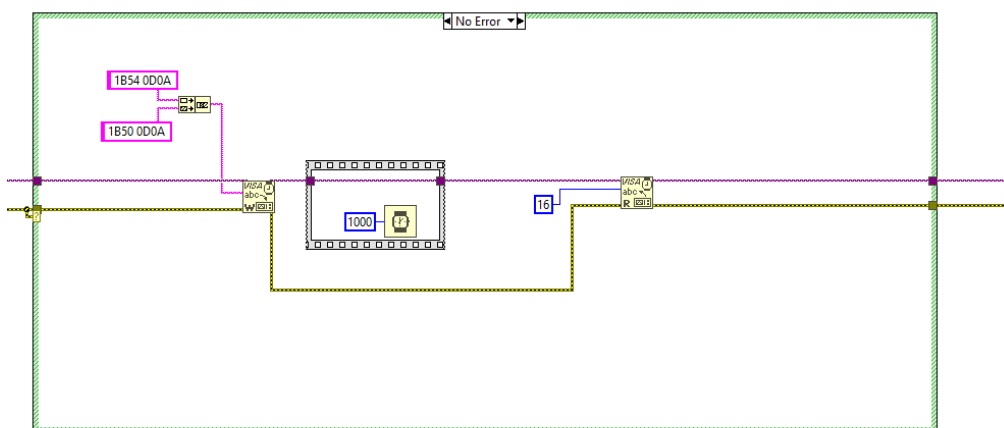
A fő feladat mellett van még néhány kiegészítő dolog a programban, ami szükséges a megfelelő működéshez. *Event Structure* segítségével több funkciót vagyunk képesek létrehozni.

A *Timeout* ágban (12. ábra) képesek vagyunk az analitikai mérleg értékét és a térerősség értékét folyamatosan monitorozni grafikonon. Ez abban az esetben hasznos, ha a programunk fut, de nem szeretnénk automatikus mérést végezni, vagy esetleges hibák javításának az ellenőrzését végezzük.



12. ábra: LabVIEW kódrészlet a Timeout ágról

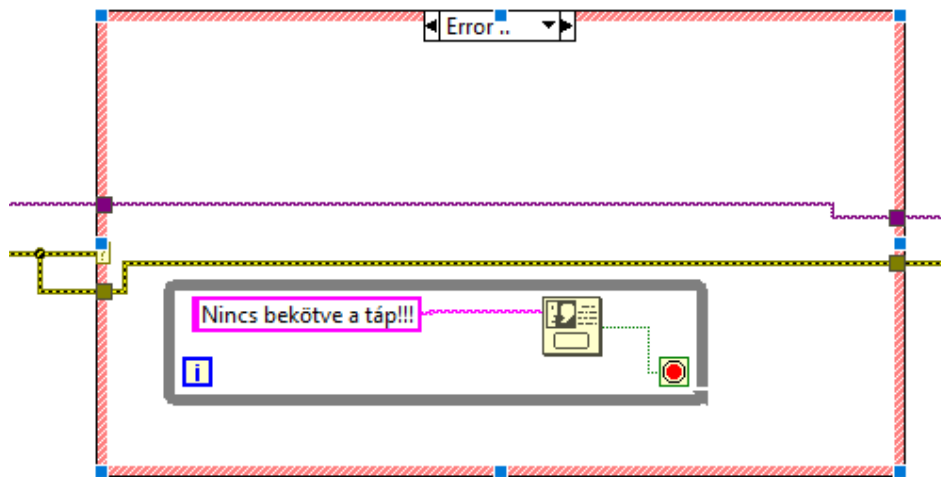
Az áramerősséget manuálisan is célszerű állítani, tesztelés esetén képesek vagyunk a tápra kapcsolni akkora áramot amennyit beállítunk és egy gomb megnyomásával ráadni a tápra. A mérleg esetében pedig célszerű egy nullázási lehetőséget megadni a kódban (13. ábra), hasonlóan, mint ahogy a mérleg fizikai felületén is van. A kezelőfelületen a gombbal képesek vagyunk nullázni a kijelzőn mutatott aktuális tömeg értékét.



13. ábra: LabVIEW kódrészlet a mérleg tárazásáról

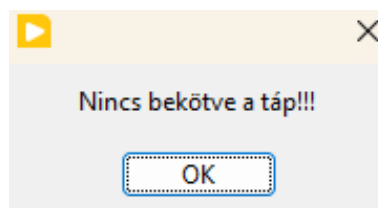
Biztonsági intézkedésként a hardveres rész védelme érdekében létrehoztam egy „gyenge” indítást és leállítást, amely értelme az, hogy lassan változtassuk az áram értékét, hogy elkerüljük a mágneses mező változása által indukált feszültséget, ami kárt tehet az eszközökben. Ennek a programrészletnek az értelme, hogy amint beállítunk egy kívánt áramerősség értéket, annak értéke lassan maximum fél amperenként emelkedjen, vagy csökkenjen a mérés végeztével.

Abban az esetben, ha esetleg elfelejtenénk bedugni az egyik eszközt, vagy többet is akár normál esetben a program végén az hibajelző vezetéken keresztül jönne a hibaüzenet. Ennek megoldására építettem bele a kódba egy minden hardveres eszközt ellenőrző kódrészt (14. ábra). Itt a hibaüzenet már a kód elején megjelenik, egy felugró ablak formájában.



14. ábra: LabVIEW kódrészlet hibaüzenet eszköz kommunikációs hiba esetén

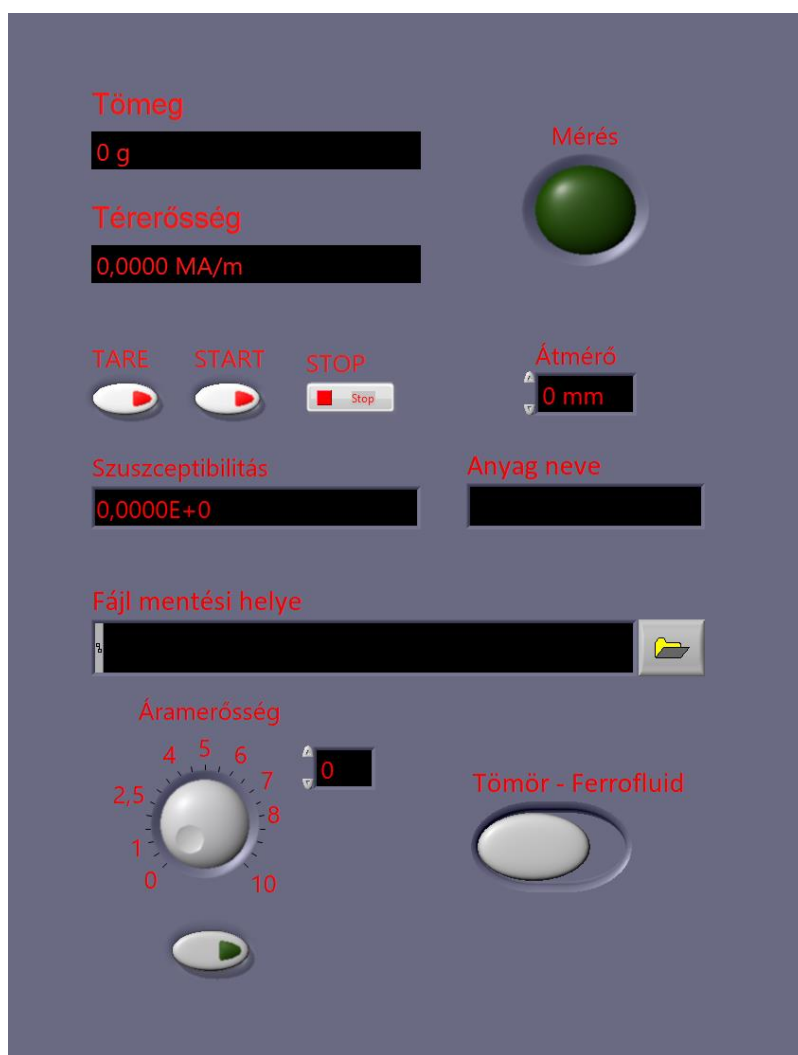
Ez a kódban egy *case structure* segítségével lehet megvalósítani, melynek a *boolean* bemenetéhez az *error* vezeték leágazását kötöttem, ezáltal változik át a belső felépítése. Innentől kezdve a nincs hiba és a hiba közötti két opció között tudunk választani. Ha hibaüzenet van és lefuttatjuk a kódot a 14. ábrán látható felugró ablakban tájékoztatja a felhasználót.



15. ábra: felugró ablak hibabejelentésre

1.3.2. LabVIEW kezelőfelület

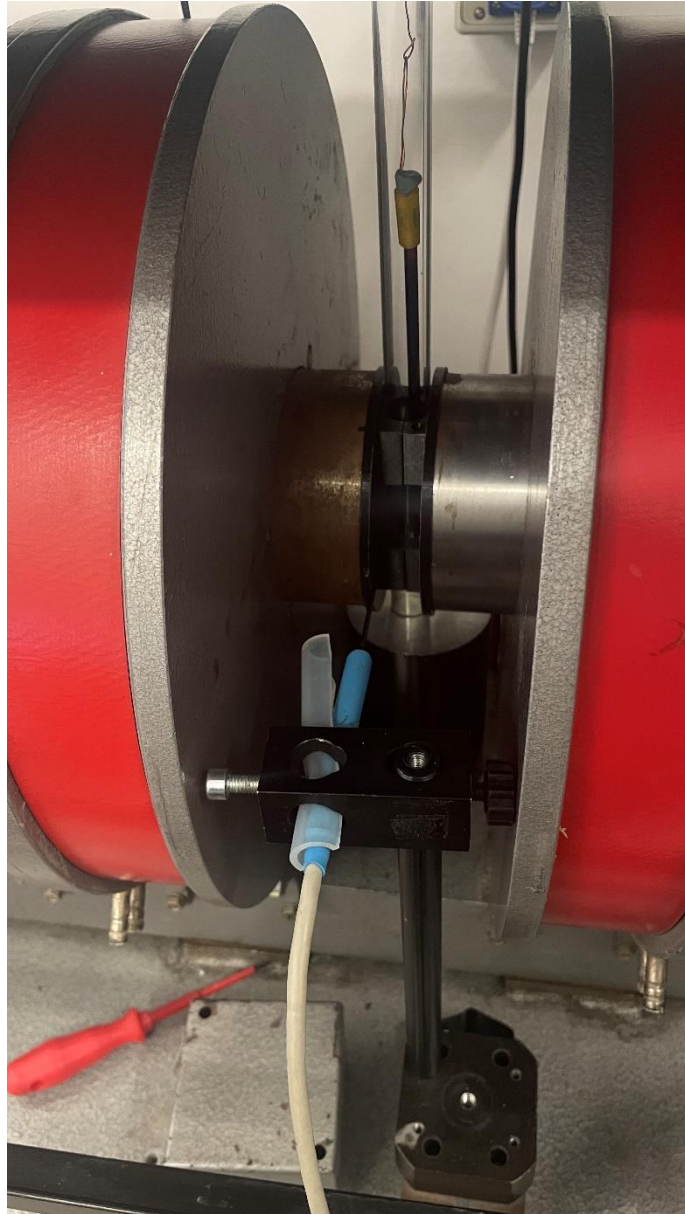
A mérés lebonyolításához szükséges LabVIEW környezetben készült program kezelőfelülete a 15. ábrán látható. A kezelőfelületen a mérés elkezdése előtt be kell állítani, hogy mekkora áramerősségen szeretnénk mérni, tömöranyagot vagy üvegcsében lévő ferrofluidumot mérünk, ugyanis ennél a két lehetőségnél más képletet alkalmazunk mivel bele kell számolni a ferrofluidumok esetében az üvegcsé és egyéb a csőben lévő anyagok tömegét is. Valamint mekkora az adott minta átmérője, melyből majd a keresztmetszetet fogja tudni számolni. A mérés a START gomb megnyomásával kezdődik el, és a felületen lévő LED felvillanásával ezt jelzi is, majd a mérés befejeztével elszínik. Ezután a műszer kijelzi a mért tömegváltozás átlagos értékét, a térerősséget, illetve az ezek alapján számolt szuszceptibilitást. Ezeket a mért adatokat kimentí egy fájlba, aminek az útvonalat előre meg tudjuk adni, illetve az anyag neve alapján tudjuk megkülönböztetni őket.



16. ábra LabVIEW program kezelőfelülete

1.3.3. Fizikai megvalósítás

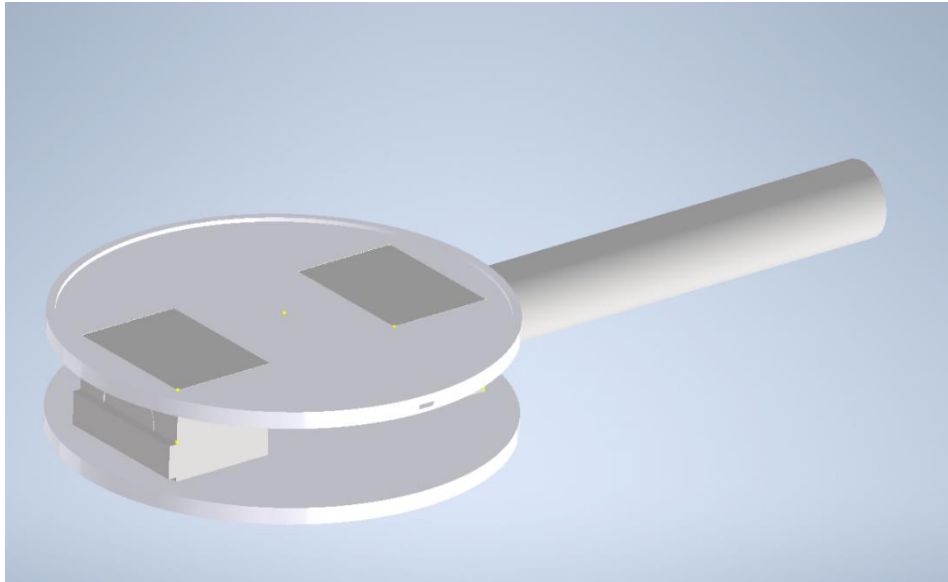
Fizikai elrendezés terén a mérleget egy közepén kivágott asztalra helyeztük, mely kivágásán keresztül leszünk képesek a mintát felfüggeszteni (17. ábra). A mérleget tartó asztalt a mágnes fölé helyeztük úgy, hogy a mérlegen felfüggesztett minta pont a két mágnespofa közé essen.



17. ábra: Minta felfüggesztése a két mágnespofa közé

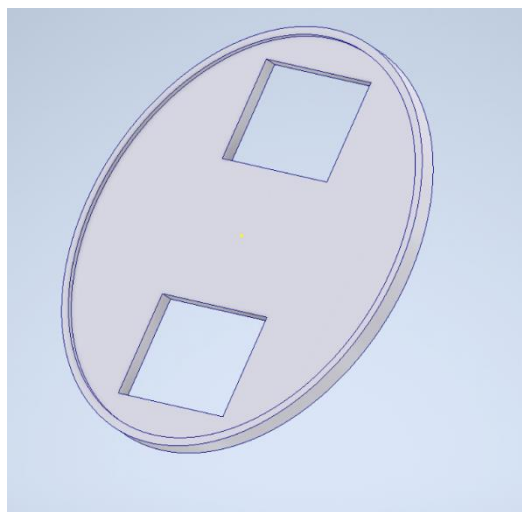
A térerősségmérő készülék mérőfejét pedig merőlegesen a mágneses térre, a minta mellett a két mágnespofa közé helyezzük így biztosítva azt, hogy a mintára ható mágneses teret méri az eszköz.

A következő probléma ott jelentkezett, mivel a mérlegünk nagy pontosságú ezért a mérleg kijelzőjén mért értékek már a légáramlatok hatására is labilissá váltak. Ezt úgy tudtuk kiküszöbölni, hogy egy csővel takartuk le a két mágnespofa közé felfüggesztett mintát. Ehhez az üvegcsőhöz és a térerősségmérő biztos pozícióba állításához terveztem egy tartót Inventor program segítségével (18. ábra).

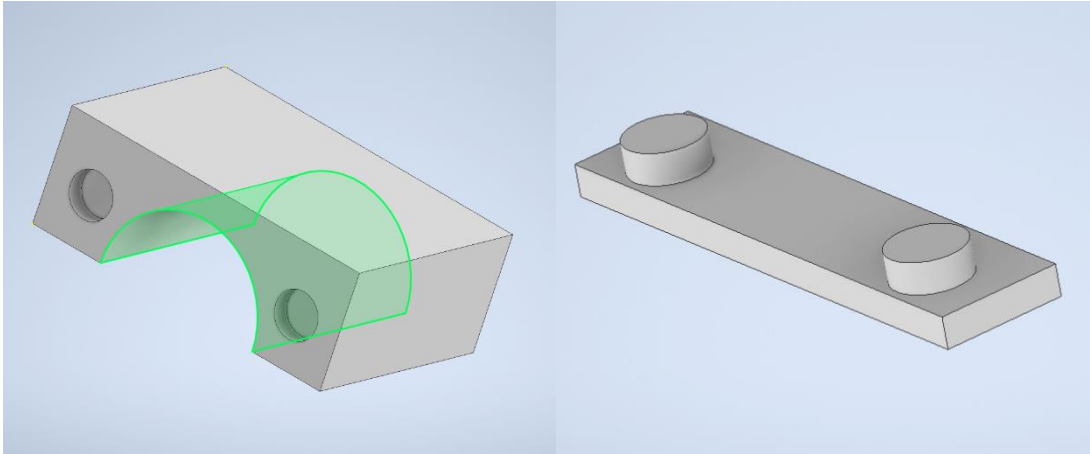


18. ábra: Csőtartó szerkezet összeállítási ábrája Inventor programban

Ez a tartó úgy lett megtervezve, hogy a mágnespofákra rögzíthető legyen, és ezáltal a két mágnespofa összetolásával rögzítse a mintatartó körüli üvegcsövet. A tartó két nagy korongból áll amelyet a mágnespofákra tudunk rögzíteni (19. ábra), illetve ezekre a korongokra rögzíthető négy csőtartóból, mely az üvegcső rögzítésére szolgál. Az üvegcső rögzítésére az alsó résznél egy zárótagot terveztem (20. ábra), mely az üvegcső függőleges pozícióját rögzíti.

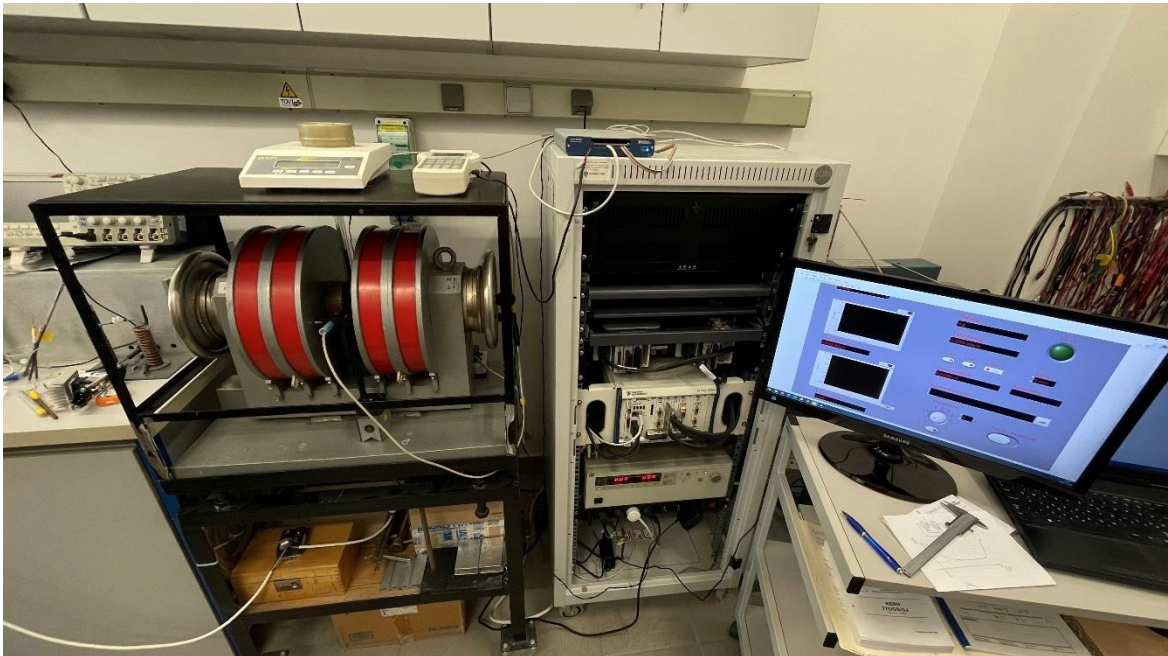


19. ábra: Mágnespofákra rögzíthető korong 3D modellje



20. ábra: Csőtartó és záró 3D modellje

A végső összeállítás a 21. ábrán látható.



21. ábra Mérőberendezés fizikai megvalósítása

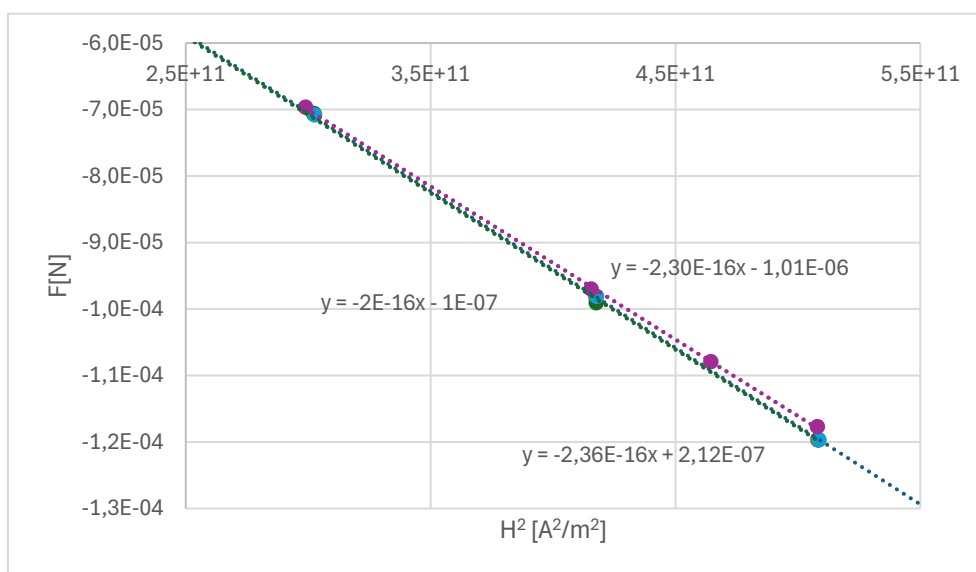
1.4. MÉRÉSEK ÉS EREDMÉNYEK

1.4.1. Tömör réz és alumínium rúd szuszeptibilitás mérési eredményei

Méréseimet első sorban tömör, már ismert szuszeptibilitású anyagok mérésével kezdtem, mivel ezen anyagok kezelhetősége, és ellenőrizhetősége egyszerűbb és hatékonyabb volt, a későbbi bonyolultabb kolloidok mérésénél.

A készülék teszteléséhez egy dia és egy paramágneses anyagot választottam, amelyek a réz ($d = 7\text{mm}$) és alumínium ($d = 11\text{mm}$) volt. Az átmérőket tolómérővel mértem, melynek a pontossága $\pm 0,05\text{mm}$. Alapvetően a szuszeptibilitás kiszámolására a legegyszerűbb módszer az, hogy minden látszólagos tömegváltozás alapján kiszámoljuk a (7) képlet felhasználásával a szuszeptibilitást.

Ennél pontosabb módszer, hogy a látszólagos tömegváltozást meghatározzuk több térerősségnél, és az ebből számolt súlyváltozást ábrázoljuk a H^2 függvényében. Réz és az alumínium grafikonjai a 22. és 23. ábrán láthatóak.



22. ábra: A réz szuszeptibilitás mérési eredményei, súly változása a térerősség négyzetének függvényében. A szaggatott vonal a mérési pontokra illesztett egyenest jelöli.

A grafikonról leolvasható több mérési eredmény egyenesének egyenlete is.

A képletbe való behelyettesítés után a kapott szuszeptibilitás érték:

$$\chi = -9,64 \cdot 10^{-6}$$

2. táblázat: A réz szuszceptibilitásának mérési eredményei

Δm [g]	F[N]	H [A/m]	Szuszeptibilitás
-0,00710	-0,00006965	546757	-9,64E-06
-0,00989	-0,00009702	644638	-9,66E-06
-0,01100	-0,00010791	681460	-9,61E-06
-0,01200	-0,00011772	712762	-9,58E-06
-0,00361	-0,00003541	385632	-9,85E-06
-0,00722	-0,00007083	550035	-9,68E-06
-0,01	-0,00009810	646339	-9,71E-06
-0,0122	-0,00011968	713109	-9,73E-06
-0,0122	-0,00011968	713067	-9,73E-06
-0,0101	-0,00009908	646254	-9,81E-06
-0,0072	-0,00007063	549853	-9,66E-06
-0,0036	-0,00003532	385194	-9,84E-06
-0,00356	-0,00003492	384862	-9,75E-06
-0,0072	-0,00007063	549804	-9,66E-06
-0,01	-0,00009810	646056	-9,72E-06
-0,0122	-0,00011968	712831	-9,74E-06
-0,0122	-0,00011968	712806	-9,74E-06
-0,01	-0,00009810	646074	-9,72E-06
-0,0072	-0,00007063	549721	-9,67E-06
-0,00356	-0,00003492	384988	-9,74E-06

Ezután a hibaterjedés számítását végeztük el a mérési adatok pontosságának figyelembe vételével. A mért adatokból kiszámoltuk a hibát, amely alapján a réz szuszceptibilitása:

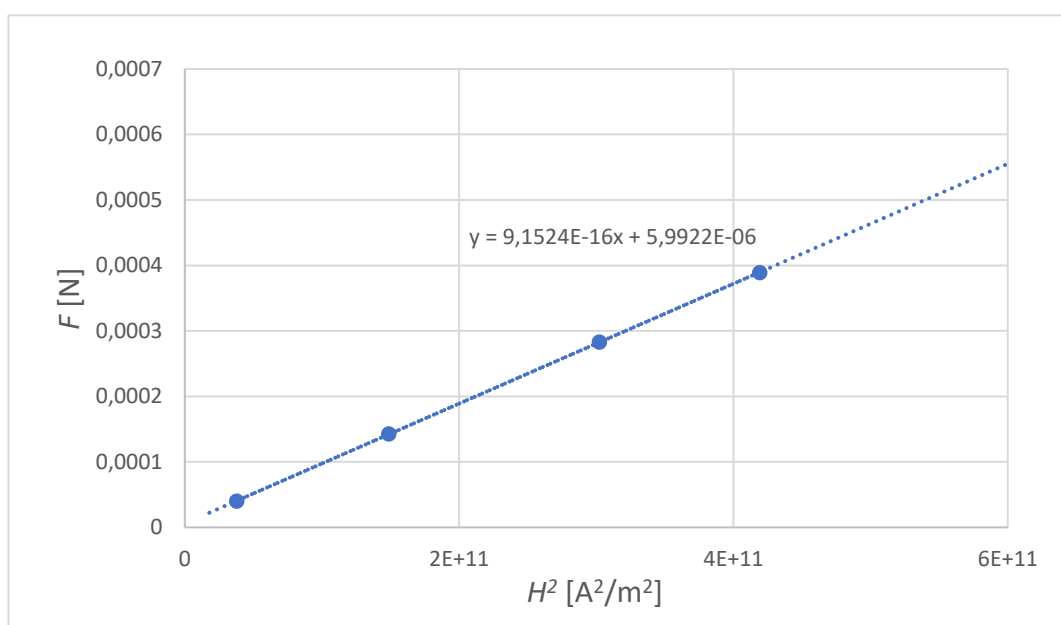
$$\chi = -(9,64 \pm 0,2) \cdot 10^{-6}$$

A Relatív hiba ezek alapján **2,1%**.

Ugyanezt a módszert megcsináltam az alumínium rúd esetében is.

3. táblázat: Az alumínium szuszeptibilitásának mérési eredményei

	F[N]	H [A/m]	H ² [A ² /m ²]	Szuszeptibilitás
0,00408	0,0000400248	194462	$0,37816 \cdot 10^{11}$	$1,77 \cdot 10^{-5}$
0,01453	0,000142539	385530	$1,48634 \cdot 10^{11}$	$1,61 \cdot 10^{-5}$
0,02887	0,000283215	549666	$3,02133 \cdot 10^{11}$	$1,57 \cdot 10^{-5}$
0,03965	0,000388967	647406	$4,19134 \cdot 10^{11}$	$1,55 \cdot 10^{-5}$



23. ábra: Az alumínium szuszeptibilitás mérés eredményei, súly változása a térerősség négyzetének függvényében. A szaggatott vonal a mérési pontokra illesztett egyenest jelöli.

A grafikonról leolvasható az egyenes egyenlete, melynek a meredeksége: $9,1524 \cdot 10^{-16}$

A képletbe való behelyettesítés után a kapott szuszeptibilitás értéke:

$$\chi = 1,53 \cdot 10^{-5}$$

A réz minta esetén a mérés pontosságára jellemző, hogy az irodalmi értékekhez képesti eltérés 2%-nál kisebb (3. táblázat). Az alumínium minta esetén az irodalmi értékekhez képest az eltérés 59%, melynek oka, hogy a minta nem tiszta alumínium, hanem különböző anyagokkal (magnézium, szilícium) ötvözött.

4. táblázat: A réz és az alumínium szuszeptibilitás mért értékének összehasonlítása az irodalmi értékekkel

	Irodalmi értékek			Mért érték
Réz	$-9,60 \cdot 10^{-6}$ [4]	$-9,69 \cdot 10^{-6}$ [5]	$-9,37 \cdot 10^{-6}$ [6]	$-(9,64 \pm 0,2) \cdot 10^{-6}$
Alumínium	$2,20 \cdot 10^{-5}$ [7]	$2,04 \cdot 10^{-5}$ [8]	$2,43 \cdot 10^{-5}$ [9]	$1,53 \cdot 10^{-5}$

Ezek alapján megállapíthatjuk, hogy a készülékkel ebben a szuszeptibilitás tartományban megfelelő pontossággal végezhető el a mérés.

1.4.2. Ferrofluidumok és a mérési eredményei

A munkám igazi célja az volt, hogy ferrofluidumokat legyünk képesek mérni az adott eszközünkkel. A tömör anyagok és a ferrofluidumok közötti különbség a mérés elvében az, hogy a mérés során figyelni kell, hogy a ferrofluidumok esetén mintatartó csőre van szükség, így ebben az esetben a minta keresztmetszete az üvegcső belső átmérőjéből ($d = 3 \pm 0,05$) számolható.

A mágneses kolloidok, más néven ferrofluidumok egydoménes mágneses részecskék szuszpenziója, kb 10 nm átmérőjű mágneses részecskéket tartalmaz, folyékony hordozóban elosztatva. A folyékony közel lehet poláros vagy apoláros. A ferrofluidumok abban különböznek a magnetoreologiai folyadékoktól (MRF), hogy az utóbbiaknak a diszpergált részecskéinek mérete jóval nagyobbak ($1-10 \mu\text{m}$), és ennek következtével viszkozitásukat több nagyságrenddel megváltoztatják mágneses tér hatására. A ferrofluidumok ettől eltérően a mágneses tér hatására is folyadékként viselkednek [4].

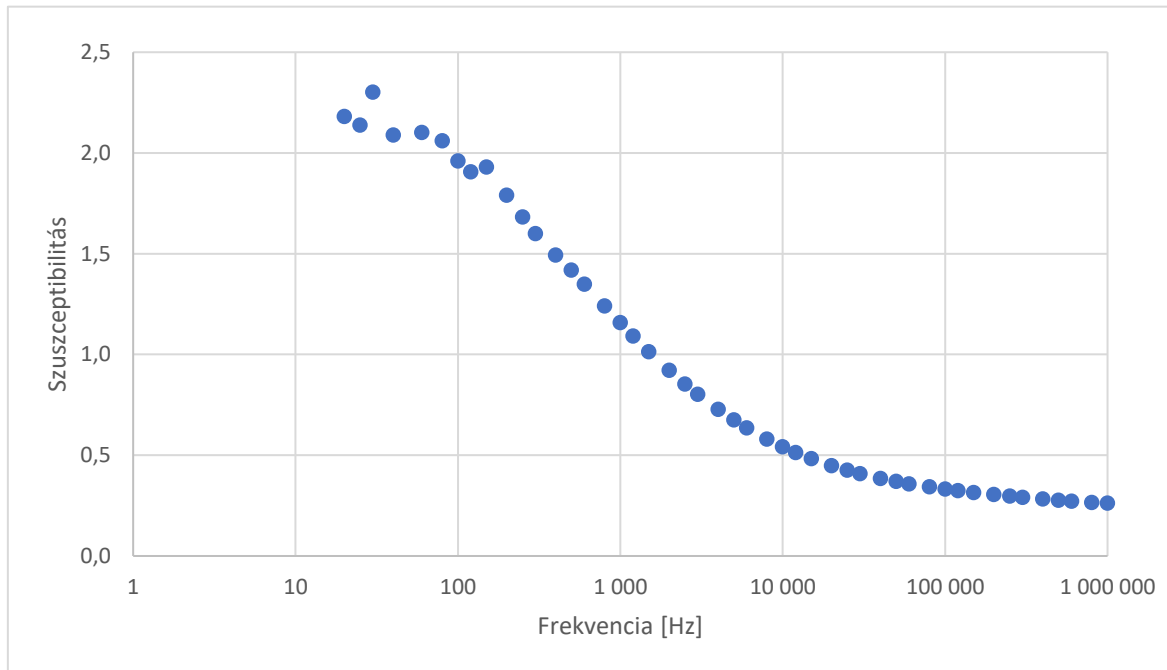
A méréshez Ferrotec cég által gyártott EMG700-as ferrofluidumot alkalmaztunk. A folyadék kb. 10 nm átmérőjű magnetit nanorészecskéket tartalmaz. Az EMG 700-as vizes közegű hordozóban tartalmazza a diszpergált részecskéket. A megépített készülékkel mért DC szuszeptibilitás ellenőrzéséhez ezeket az értékeket a folyadék AC szuszeptibilitásából extrapolált ($f \rightarrow 0$) DC szuszeptibilitással hasonlítjuk össze.

Az AC szuszeptibilitás mérés lényege, hogy egy szolenoid tekercs induktivitását mérjük impedancia analizátorral. Típusa Agilent 4284A, ami 20 Hz és 1 MHz közötti frekvencián képes mérni. Mérés elve az, hogy ha a levegő helyett más anyagot teszünk a tekercsbe, akkor megváltozik annak induktivitása, és a változás mértéke pedig arányos a tekercsbe helyezett anyag szuszeptibilitásával. A szuszeptibilitása következő képlet alapján számolható ki:

$$\chi = \left(\frac{L_s}{L_0} - 1 \right) \cdot \left(\frac{A_0}{A} \right) \quad (11)$$

ahol az L_s a minta induktivitása, és az L_0 pedig a levegővel töltött (üres) tekercs induktivitása. Figyelembe kell venni, hogy a minta nem tölti ki teljesen a tekercs belsejét az üvegcső miatt. Ezt korrigálja ki az $\frac{A_0}{A}$ faktor. Ahol A_0 a tekercsnek a keresztmetszetét, és az A a minta keresztmetszetét (az üvegcső belső keresztmetszetét) adja meg. Az így meghatározott AC szuszceptibilitás frekvenciafüggéséből extrapolálható a DC szuszceptibilitás ha a frekvencia nullához tart.

A mérés eredményeként az AC szuszceptibilitás frekvenciafüggése a 21. ábrán látható.



24. ábra: EMG700-as ferrofluidum szuszceptibilitása a frekvencia függvényében

A grafikonon jól látható, hogy a ferrofluidum szuszceptibilitása kis frekvencia mellett csak viszonylag nagy hibával mérhető, de frekvenciát növelve szépen beáll. Ez mutatja, hogy ha az AC szuszceptibilitás méréseiből szeretnénk meghatározni a DC szuszceptibilitásának értékét extrapolálással, akkor ez a módszer a jelentős hiba miatt kevésbé alkalmazható.

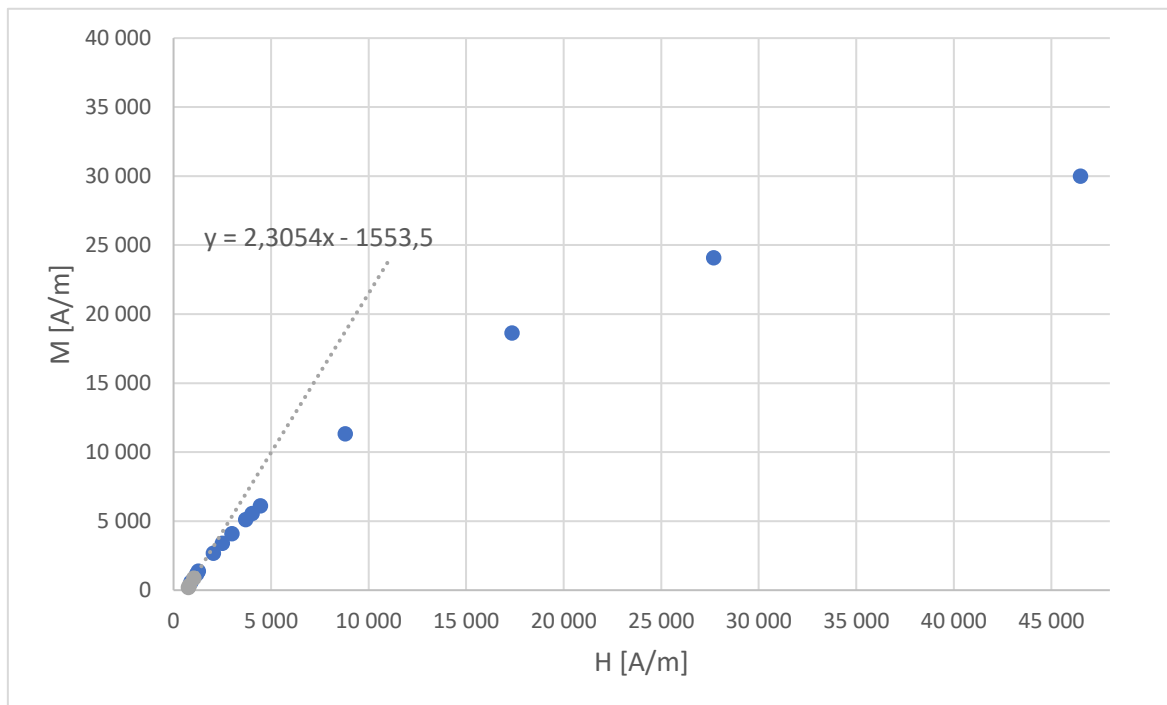
Az AC szuszceptibilitás valós részének frekvenciafüggése (21. ábra) alapján az EMG700-as ferrofluidum DC szuszceptibilitása $\sim 2,3$.

A ferrokolloidok szuszceptibilitása nagyságrendekkel nagyobb, mint a dia vagy paramágneses anyagoké, valamint a szuszceptibilitásuk függ a mágneses térerősség értékétől. A mágnesezettségi görbének csak a kezdeti szakasza lineáris, vagyis a szuszceptibilitás meghatározását a mérőberendezéssel kis térerősségen kell mérni.

A mért látszólagos tömegváltozás alapján meghatározható a mágnesezettség, amit különböző térerősségeknél meghatározva előállítható a mágnesezettségi görbe. A súlyváltozásból az (1) és (7) képlet felhasználásával a mágnesezettség a következő módon számolható ki:

$$\frac{2 \cdot F}{\mu_0 \cdot A \cdot H} = \chi \cdot H = M. \quad (12)$$

A mágnesezettségi görbe kezdeti ($H = 0$) meredeksége adja meg a kezdeti DC szuszceptibilitást.



25. ábra: EMG700-as Mágnesezettség a térerősség függvényében

Legkisebb négyzetek módszere segítségével egyenest illesztettem a kezdeti lineáris szakaszra, Origin Pro programban ahol a meredekség hibájának értékét is megadta, ami alapján az EMG700-as ferrofluidum szuszceptibilitása:

$$\chi = 2,3 \pm 0,1 .$$

Ezt az eredményt összehasonlítva az AC szuszceptibilitás mérésből származtatott értékkel megállapítható, hogy a megépített berendezés alkalmas a ferrofluidumok DC mágneses szuszceptibilitás mérésére is.

1.5. ÖSSZEGZÉS

Az eredményeimen látható, hogy az általam elkészített berendezés széles szuszeptibilitás tartományban képes mérést végezni.

Készülékkel kis nagyságrendű (10^{-6}) méréseket lehetett végre hajtani. Ezen mérések a dia és paramágneses anyagok szuszeptibilitásának meghatározására alkalmasak. E mellett demonstráltam, hogy a mérőrendszer alkalmas 10^1 nagyságrendű szuszeptibilitással rendelkező anyagok vizsgálatára is. Ahogy a célkitűzésben megfogalmaztam, a berendezésem ferrofluidumok mérésére is alkalmas. Ez alapján a készülék jó kiindulási alapot nyújt egyéb anyagok mágneses tulajdonságainak vizsgálatára is, mint például magnetoreológiai folyadékok, elasztomerek. Jövőbeli tervek közé tartozik a készülék pontosítása, más módszerekkel való összehasonlítása is. Emellett szeretném a mérőberendezés kezelését még felhasználóbarátabbá tenni, ehhez egy érintőképernyős kezelőfelületet szeretnék tervezni, melyet Raspberry Pi segítségével vezérelném. Valamint a hőmérséklet által befolyásolt pontatlansági problémát is szeretném megoldani pl. a minta termosztálásával.

IRODALOMJEGYZÉK

Szakirodalom

- [1] Schenck, J. F. (1996). The role of magnetic susceptibility in magnetic resonance imaging: MRI magnetic compatibility of the first and second kinds. *Medical Physics*, 23(6), 815–850. doi:10.1118/1.597854
- [2] Marcon, P, Ostanina, K. (2012). Overview of Methods of Magnetic Susceptibility Measurement. *PIERS Proceedings*
- [3] Pankhurst, Q. A., et al (2003). Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine. *Journal of Physics D: Applied Physics*, köt. 36(13). R167–81. doi: 10.1088/0022-3727/36/13/201.
- [4] Scherer, C., Figueiredo Neto, A. M. (2005). Ferrofluids: properties and applications. *Brazilian Journal of Physics*, 35(3a), 718–727. doi:10.1590/s0103-97332005000400018
- [5] Henry, W. G., Rogers, J. L (1956). XXI. The Magnetic Susceptibilities of Copper, Silver and Gold and Errors in the Gouy Method. *Philosophical Magazine*, doi: 10.1080/14786435608238097.
- [6] Bowers, R. (1956). Magnetic Susceptibility of Copper Metal at Low Temperatures. *Physical Review*, 102(6), 1486–1488. doi:10.1103/physrev.102.1486
- [7] Young, H. D., Freedman, R. A., Sears and Zemansky's *University Physics*. 13th ed., Addison-Wesley, 2012.
- [8] Takahashi, Y., Shimizu, M. (1973). Magnetic Susceptibility of Liquid Alkali Metals and Aluminium. *Journal of the Physical Society of Japan*, 34(4), 942–951. doi:10.1143/jpsj.34.942
- [9] Pei-Luen Li (1969). The magnetic susceptibility of pure Aluminium and Al-Mn Alloy, McGill University MSc Thesis

Egyéb források

- [10] <https://www.kern-sohn.com/manuals/files/English/770-GS-GJ-BA-e-0023.pdf>
(letöltve: 2024.11.01)
- [11] <https://www.magnet-physik.de/wp-content/uploads/2023/03/18658302-FH-54-e-3088.pdf>
(letöltve: 2024.11.01)