

448328

БУРОВ
ЯСОНОВ

*ВВЕДЕНИЕ
ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ
ТЕРМОМАГНИТНЫЙ
АНАЛИЗ
ГОРНЫХ ПОРОД*

448328

Б. В. БУРОВ, П. Г. ЯСОНОВ



ВВЕДЕНИЕ
В
ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ
ТЕРМОМАГНИТНЫЙ
АНАЛИЗ
ГОРНЫХ
ПОРОД

НАУЧНАЯ БИБЛИОТЕКА КГУ



0000504411

ИЗДАТЕЛЬСТВО
КАЗАНСКОГО УНИВЕРСИТЕТА
1979

Печатается по постановлению
Редакционно-издательского совета
Казанского университета

Научный редактор — доктор физико-математических наук,
профессор А. Н. Храмов

В работе приводятся технические данные и некоторые результаты практического использования методики непрерывных термомагнитных исследований с записью скорости изменения намагниченности проб горных пород. Основное внимание уделено техническим и методическим вопросам осуществления анализа, рассмотрены различные возможные конструкции отдельных блоков, описана разработанная авторами установка для экспрессного проведения ДТМА (дифференциального термомагнитного анализа). Во второй части работы описывается характер термомагнитных кривых отдельных железистых минералов и содержащих их пород.

Книга предназначена для геологов и геофизиков, изучающих железосодержащие минералы пород и их магнитные свойства.

Буров Борис Владимирович,
Ясонов Павел Георгиевич

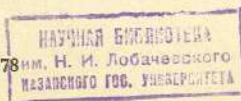
Редактор Шарафутдинова Р. З.
Техн. редактор Семёнова Г. М.
Обложка художника Заринова С. Я.
Корректор Самуйлина Л. М.

ИБ № 297

Слано в набор 28/II-78 г. Подписано к печати 8/I-80 г. ПФ 10 080. Формат бумаги 84×108/16. Печ. л. 5(8,4). Учет.-пзд. л. 7,6. Заказ X-154. Тираж 600 экз. Цена 1 р. 14 к.

Издательство Казанского университета, Казань, ул. Ленина,
Полиграфический комбинат им. К. Якуба Управления по делам издательств, полиграфии и книжной торговли Совета Министров ТАССР. г. Казань, ул. Баумана, 19.

Б 20804—031
075(02)—79



© Издательство Казанского университета, 1979.

ОТ АВТОРОВ

Определение минерального состава горных пород является важнейшим этапом многих исследовательских работ геологов и геофизиков. При этом наиболее популярны классические методы диагностики — оптические, рентгеновские, химические, спектральные, термические и др. Они обеспечивают достаточно надежную диагностику разнообразных минеральных компонентов и способны дать их количественную оценку. Существенными недостатками классических методов являются сложность осуществления многих из них, подчас огромные затраты времени, дороговизна, а также явно недостаточная информативность в случае изучения железистых минеральных компонентов горных пород (за счет непрозрачности рудных включений, их крайне малых размеров и т. д.).

При палеомагнитных исследованиях важно выявить роль каждого из ферромагнитных минеральных компонентов в магнитных свойствах горной породы, найти соотношение этих компонентов с точки зрения их магнитности, а не количества.

Авторы глубоко убеждены, что для целей палеомагнитного анализа горных пород к исследованию ферромагнитного состояния, магнитной структуры и минерального состава следует подходить лишь с дифференциальной методикой независимо от того, ведем ли мы изучение зависимости $I_s(T)$ либо $I_{rs}(T)$.

Неоценимую помощь в работе оказали коллеги по палеомагнетизму — участники Московского совещания по лабораторным методам палеомагнитного анализа (1977 г.), проявившие живой интерес к предлагаемо-

му методу и обсудившие вопросы основ метода и его некоторые результаты.

Большая часть исследований проводилась на образцах пород и минералов Геологического музея Казанского университета и на коллекциях пород, собранных самими авторами и сотрудниками палеомагнитной лаборатории университета.

Авторы благодарны А. М. Глевасской, Н. П. Михайловой, В. В. Кочегуре, Н. Ф. Данукалову, Ф. Г. Сулеймановой, И. А. Свяжиной, А. Н. Храмову, В. П. Родионову, Г. З. Гуаррию, Н. М. Чумакову, Н. А. Шурекову и многим другим за присланные для анализа разнообразные коллекции горных пород.

ТЕХНИКА И МЕТОДИКА ТЕРМОМАГНИТНОГО АНАЛИЗА ПО ИНДУЦИРОВАННОЙ НАМАГНИЧЕННОСТИ

Основными методами исследования слабромагнитных веществ, к которым относится и большая часть горных пород, являются пондеромоторные и мостовые методы [61, 77, 79].

Пондеромоторный метод основан на измерении механической силы, действующей на образец, помещенный в неоднородное магнитное поле, создаваемое электромагнитом. На тело с массой m и магнитной восприимчивостью χ в поле с напряженностью H и градиентом $\frac{\partial H}{\partial x}$ действует сила $F = mI \frac{\partial H}{\partial x}$,

где $I = \chi H$.

Измерив величину силы F , зная H и $\frac{\partial H}{\partial x}$ или используя эталон с известным значением χ , нетрудно вычислить намагниченность и магнитную восприимчивость в поле H исследуемого образца.

При изучении магнитных свойств горных пород значительный интерес представляют исследование температурного изменения χ и I , получение кривых насыщения, измерение коэрцитивных сил. Пондеромоторный метод позволяет получить как качественное, так и количественное представление о динамике изучаемого процесса.

На пондеромоторном методе основан принцип действия всего разнообразия существующих магнитных весов (под магнитными весами подразумеваются весы, предназначенные для изучения магнитных свойств горных пород). Магнитные весы отличаются

простотой конструкции, позволяют добиться высокой чувствительности и стабильности в работе, делают возможным выполнение целого комплекса магнитных анализов (изучение температурного изменения намагниченности, снятие кривых намагничивания, измерение коэрцитивных сил), осуществление непрерывных измерений с автоматической регистрацией значений намагниченности (магнитной восприимчивости), проведение как относительных, так и абсолютных определений.

Мостовые методы основаны на определении изменения коэффициента взаимно- или самоиндукции катушек при введении в одну из них исследуемого образца. Мостовые методы допускают изготовление установки для измерения магнитной восприимчивости образцов горных пород по чувствительности, не уступающей магнитным весам. Существенными недостатками такой установки будут высокая нестability нуля, препятствующая выполнению непрерывной регистрации результатов измерения, и большая сложность осуществления температурных измерений. Эти недостатки, несомненно, не исключают возможность использования мостовых методов для термоманитных исследований, но создают большие технические трудности на пути создания эффективно работающей аппаратуры.

подавляющее большинство существующих весов представлено механическими системами, в которых в процессе измерения (взвешивания) под действием измеряемой силы происходит движение, перемещение отдельных деталей.

Основными типами весов, наиболее пригодными для использования при изучении магнитных свойств горных пород, являются коромысловые (рычажные), крутильные и маятниковые (рис. 1).

На коромысловых весах измеряется сила, действующая по вертикали и поворачивающая коромысло в вертикальной плоскости. Они широко применяются во многих видах исследований, связанных с измерением массы. Выпускаемые промышленностью технические и аналитические коромысловые весы вполне

можно взять за основу для изготовления их магнитных аналогов, но они будут обладать рядом существенных недостатков: большой инерционностью, обусловленной солидной массой коромысла и влекущей за собой большую продолжительность опыта; меньшей чувствительностью по сравнению с крутильными и маятниковыми весами; влиянием изменения массы образца (в процессе нагрева) на результаты измерения. Вероятно, в ряде случаев эти недостатки вполне могут окупиться простотой изготовления.

С помощью крутильных весов, впервые использованных для измерения магнитной восприимчивости Фарадеем, измеряется сила, действующая в горизонтальной плоскости и поворачивающая в этой плоскости крутильный рычаг.

Маятниковые весы также предназначены для измерения горизонтальной составляющей силы, действующей на образец, которая вызывает смещение из положения равновесия и продольное перемещение магнитного маятника.

Последние два типа весов практически свободны от влияния изменения веса пробы на результаты измерения и позволяют добиться очень высокой чувст-

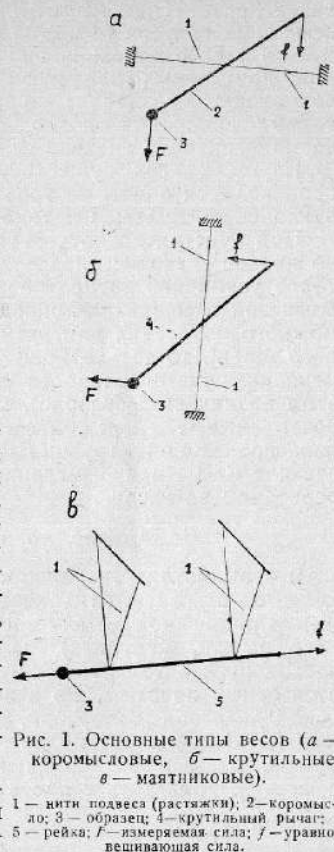


Рис. 1. Основные типы весов (а — коромысловые, б — крутильные, в — маятниковые).

вительности. При использовании для конструкции легких материалов (с целью уменьшения массы коромысла) и автоматизации процесса измерения на основе крутильных или маятниковых весов возникает возможность создания "экспресс-установки" для точных измерений, позволяющей получать кривую термоманнитного анализа за 3—5 минут.

На весах всех существующих систем измерение производится одним из трех методов: измерением по отклонению, нулевым методом и смешанным [66].

Под чувствительностью весов понимается предельно низкое значение определяемой величины $F_{\min}$, которое устойчиво воспроизводится от опыта к опыту. Диапазон взвешивания определяется пределами возможного изменения измеряемой силы F в рамках одного опыта, то есть отношением $F_{\max}/F_{\min}$ и при изменении чувствительности весов (необходимость в этом возникает регулярно), как правило, сохраняется постоянным, так как соответственно меняется величина предельной загрузки $F_{\max}$. Диапазон взвешивания зависит от метода измерения и от конструктивных особенностей весов.

Измерение по отклонению

В этом методе значение измеряемой силы F определяется степенью отклонения от начального положения подвижной детали весов (коромысла, крутильного рычага, маятника), называемой иначе механической чувствительной системой. Этот метод является самым простым, но и наименее точным, и дает узкий диапазон измерения, так как допустимые величины отклонений подвижной детали ограничены крайне малыми размерами межполюсного пространства электромагнита с постоянным значением произведения $H \frac{\partial H}{\partial x}$.

Нулевой метод измерения

Данный метод основан на компенсации измеряемой силы F или ее изменений внешним воздействием f . Мерой силы F является величина внешнего воздействия, необходимая для возвращения чувствительной

системы весов в нулевое, начальное положение. Диапазон измеряемых значений F определяется диапазоном возможных изменений величины f .

Нулевой метод свободен от ошибок, связанных с изменением положения образца в неоднородном магнитном поле, допускает автоматизацию процесса измерения и, следовательно, делает возможным непрерывное измерение изменений величины ponderomotorной силы с автоматической регистрацией этих изменений. Точность метода определяется точностью измерения выбранного вида внешнего воздействия.

В следующих разделах будут рассмотрены основные детали, узлы и вспомогательные блоки, общие для всех трех типов магнитных весов, действующих по нулевому методу измерения.

ОСНОВНЫЕ УЗЛЫ КОНСТРУКЦИИ МАГНИТНЫХ ВЕСОВ

Общая блочная схема магнитных весов

Основной деталью весов является механическая чувствительная система (коромысло или крутильный рычаг, маятник), на которую помещается исследуемый образец. Процесс измерения на авторегистрирующих магнитных весах, работающих по нулевому методу, протекает следующим образом. Пондеромоторная сила F , действующая на образец со стороны неоднородного магнитного поля и втягивающая его к центральному положению между полюсами электромагнита, смещает маятник или создает вращающий момент, поворачивающий коромысло. Отклонение чувствительной системы из нулевого положения обнаруживается с помощью следящего устройства (датчика положения). Следящее устройство вырабатывает электрический сигнал, величина и фаза которого определяются соответственно величиной и направлением отклонения. Сигнал подается на вход усилителя, усиливается и приводит в действие систему компенсации, воздействующую на коромысло (маятник) силой f , обратной по направлению силе F , вызвавшей отклонение. Система компенсации производит изменение величины обратной, компенсирующей силы f до тех пор, пока последняя не достигнет значения, необходимого для полного уравнивания измеряемой силы F . После чего подвижная деталь весов вернется в начальное положение, сигнал на выходе датчика положения исчезнет, процесс изменения значения f прекратится. Чувствительная система останется в

нулевом положении до тех пор, пока вновь не изменится величина пондеромоторной силы (например, в результате температурного хода намагниченности образца), всякое уменьшение или увеличение которой повлечет за собой приведение в действие системы компенсации, и в итоге окажется скомпенсированным соответствующим уменьшением или увеличением уравнивающей силы f . При непрерывном процессе измерения намагниченности пробы схема автоматического управления весами, включающая в себя следящее устройство, усилитель и систему компенсации, действует непрерывно.

Величина f прямо пропорциональна или равна (в зависимости от конкретного устройства чувствительной и уравнивающей систем) значению F и, следовательно, пропорциональна намагниченности (магнитной восприимчивости) изучаемого образца. Поэтому записанная с помощью автоматического регистратора кривая изменения f является и кривой хода намагниченности в данном процессе (интегральной кривой) в относительных или, если откалиброваны весы, в абсолютных единицах.

Схема управления весами может быть настроена таким образом, чтобы скорость изменения уравнивающей силы $\frac{df}{dt}$ находилась в близкой к линейной зависимости от управляющего системой компенсации выходного напряжения U усилителя (сигнала следящего устройства). В таком случае величина U окажется линейно связанной со скоростью изменения намагниченности $\frac{dI}{dt}$ в данном процессе, и изменение этой величины может быть зарегистрировано в качестве кривой $\frac{dI}{dT}(T)$. Возможны и другие способы осуществления дифференциальной записи. Вне зависимости от типа связи между выходным напряжением усилителя и скоростью изменения компенсирующей силы $\frac{df}{dt}$, последняя (в режиме непрерывного измерения) прямо пропорциональна скорости спада (увеличения) намагниченности. Значение $\frac{dI}{dt}$ можно изме-

рять и записать, установив в системе уравновешивания датчик-дифференциатор, сигнал на выходе которого определяется значением $\frac{df}{dt}$.

Возможно построение схемы автоматического управления магнитными весами по релейному принципу. В подобных схемах датчик положения чувствительной системы просто включает (когда необходимо произвести компенсацию силы F) регулятор уравновешивающей силы и выключает его (когда компенсация произведена), т. е. работает как реле, и изменение величины f происходит лишь с одной и той же скоростью. Такая конструкция вполне работоспособна и позволяет выполнить непрерывную регистрацию интегральной кривой, но запись в дифференциальной форме, естественно, в этом случае невозможна. Обязательным условием осуществления качественной дифференциальной записи является пропорциональность скорости изменения силы f величине сигнала с датчика положения подвижной детали весов.

Не следует отождествлять с нулевым методом измерения компенсационный. В конструкции, работающей по компенсационному методу, сигнал следящего устройства после его усиления используется с помощью несложных технических средств непосредственно для создания уравновешивающей силы, величина которой оказывается, следовательно, функцией сигнала и, в итоге, функцией степени отклонения чувствительной системы из нулевого положения (в нулевом методе функцией отклонения является скорость изменения компенсирующей силы). В процессе измерения чувствительная система весов смещается из нулевого в новое устойчивое, равновесное положение, в котором уравновешивающая сила равна измеряемой. Мерой намагниченности оказывается в результате величина смещения подвижной детали из нулевого в новое положение равновесия. Таким образом, компенсационный метод не является истинно нулевым, а наиболее совершенной разновидностью метода взвешивания по отклонению, главный недостаток которого заключается в перемещении образца в неоднородном магнитном поле.

Магнитные весы с ручным управлением несравненно проще авторегистрирующих. В них отсутствуют автоматический регистратор, усилитель, резко упрощается конструкция блока нагревов, блока управления электромагнитом и системы компенсации. Отклонение чувствительной системы из нулевого положения контролируется с помощью индикатора нуля и устраняется путем ручной регулировки величины уравновешивающей силы. Весы с ручным управлением не уступают автоматическим по чувствительности и точности, но позволяют производить только точечные измерения.

Авторегистрирующие магнитные весы, работающие по нулевому методу измерения, состоят из следующих основных узлов (рис. 2):

- 1) механической чувствительной системы;
- 2) датчика положения чувствительной системы (следящего устройства);
- 3) сервосистемы, состоящей из усилителя и электродвигателя;
- 4) системы компенсации;
- 5) электромагнита и блока управления электромагнитом;
- 6) блока нагревов;
- 7) автоматического регистратора.

Датчики положения чувствительной системы весов

Датчики положения предназначены для обнаружения и измерения механических перемещений подвижных деталей весов. По принципу действия они делятся на фотоэлектрические, индуктивные, емкостные, оптические. Датчики других типов используются редко.

Фотоэлектрические датчики

Из этой группы устройств наиболее простыми, обеспечивающими высокую чувствительность и точность, удобными для применения как в автоматических, так и в весах с ручным управлением, являются

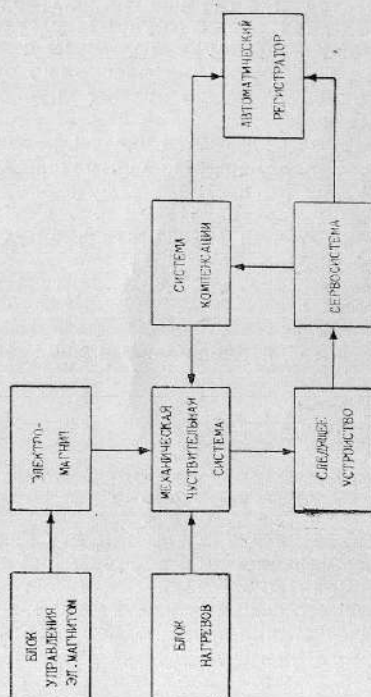


Рис. 2. Блок-схема авторегистрирующих магнитных весов, действующих по нулевому методу измерения

дифференциальные фотоэлектрические устройства на фотосопротивлениях [40, 55, 66].

Дифференциальный фотоэлектрический датчик состоит из двух фотосопротивлений и осветителя, укрепленных неподвижно относительно друг друга (рис. 3). Заслонка, жестко связанная с подвижной

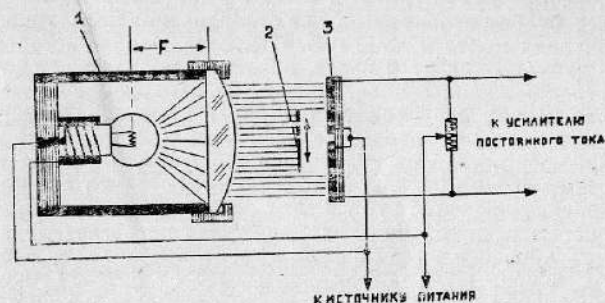


Рис. 3. Устройство дифференциального фотоэлектрического устройства

1 — осветитель; 2 — ширма-заслонка; 3 — дифференциальное фотосопротивление

деталью весов, перекрывает около половины светового потока осветителя, падающего на каждое из фотосопротивлений. Фотосопротивления составляют два плеча моста Уитсона, остальные два плеча образованы обычными сопротивлениями. Грубая балансировка фотомоста производится перемещением всего датчика, точная — переменным сопротивлением в его схеме. Цель балансировки — уравновесить мост при нулевом положении чувствительной системы.

Фотомост можно питать как постоянным, так и переменным током. При отклонении чувствительной системы весов из нулевого положения на выходе моста возникает э. д. с., величина (амплитуда) и знак (фаза) которой изменяются в зависимости от величины и направления отклонения. Питание переменным током несколько упрощает схему усилителя в авторегистрирующих весах, но в этом случае вся

система оказывается более чувствительной к промышленным сетевым наводкам, уровень которых в лабораториях, как правило, очень велик.

В состоянии равновесия фотомост мало чувствителен к колебаниям питающего напряжения и светового потока осветителя, поэтому при использовании фотоэлектрического устройства только в качестве индикатора нуля-пункта (в весах с ручным управлением) нет особой необходимости в стабилизации источников питания моста и лампы осветителя. Необходимость в этом возникает в весах, предназначенных для дифференциальной записи. Поскольку измеряемое значение первой производной (скорости изменения намагниченности) определяется величиной отклонения подвижной детали из нулевого положения, а значит и величиной э. д. с. на выходе фотомоста, то все колебания значения этой э. д. с., вызванные нестабильностью режимов питания, запишутся на регистрируемой кривой в виде ложных эффектов. Избежать этого можно, питая осветитель и мост от батареи аккумуляторов или же от сетевого стабилизированного блока питания.

Необходимо иметь в виду, что для изготовления дифференциального фотоэлектрического устройства пригодны только однотипные фотосопротивления с идентичными номиналами, в противном случае разная скорость дрейфа их характеристик может привести к заметному дрейфу нуля всего устройства. Оптимальным вариантом является использование специальных дифференциальных фотосопротивлений (ФСК-7а, ФСК-7б, ФСК-Г7 и др.).

Датчик должен быть заэкранирован от посторонних источников света и защищен от резких перепадов температуры.

Для использования фотоэлектрического датчика в весах с ручным управлением достаточно к выходу моста подключить микроамперметр для визуального контроля нулевого положения чувствительной системы.

Индуктивные датчики

Наиболее часто применяемой для измерения малых перемещений разновидностью индуктивных датчиков

является дифференциальный линейный трансформатор [54, 66].

Дифференциальный линейный трансформатор имеет обмотку возбуждения (первичную), питаемую переменным током от сети или генератора, и вторичную дифференциальную обмотку, состоящую из двух одинаковых секций, соединенных последовательно встречно (рис. 4). Все обмотки размещены на общем каркасе,

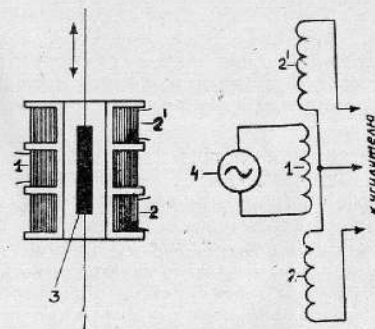


Рис. 4. Устройство и схема включения дифференциального линейного трансформатора.

1 — обмотка возбуждения (первичная обмотка); 2, 2' — секции вторичной дифференциальной обмотки; 3 — ферромагнитный сердечник; 4 — генератор переменного тока.

по оси которого перемещается ферромагнитный сердечник, укрепленный на подвижной детали весов. Взаимное расположение каркаса и сердечника подбирается так, чтобы в нулевом положении чувствительной системы весов сердечник располагался строго в среднем положении относительно обмоток. В этом случае э. д. с., возбуждаемые переменным магнитным полем первичной обмотки в секциях вторичной обмотки, равны по величине (при условии равенства числа витков в секциях), и поскольку катушки соединены встречно, суммарная э. д. с. равна нулю. При смещении сердечника баланс магнитных потоков сдвигается в сторону перемещения. Во вторичной об-

мотке появляется разностная э. д. с., амплитуда которой пропорциональна величине перемещения, а фаза — направлению. Разностная э. д. с. усиливается и используется для управления системой компенсации в автоматических весах, либо детектируется фазовым детектором и служит для контроля нулевого положения чувствительной системы с помощью стрелочного прибора в весах с ручным управлением.

Балансировка датчика производится подбором числа витков одной из секций вторичной обмотки, либо ее шунтированием. Для защиты от сетевых наводок необходима тщательная экранировка трансформатора и всех соединительных проводов. Чувствительность устройства пропорциональна напряжению питания.

При чувствительности и точности этой системы датчиков не меньших, чем у фотоэлектрических, им присущи такие недостатки, как наличие силы взаимодействия между сердечником и обмоткой возбуждения, пропорциональной квадрату питающего напряжения и стремящейся удерживать сердечник в среднем положении, а также чувствительность ферромагнитного сердечника к внешним неоднородным магнитным полям.

Емкостные датчики

Действие емкостных датчиков основано на изменении емкости конденсатора, одна из обкладок которого перемещается вместе с подвижной деталью весов. На основе этих датчиков также можно построить схему дифференциального следящего устройства (рис. 5).

Два плеча емкостного моста составлены из конденсаторов C_1 и C_2 , одна из обкладок которых общая и жестко укреплена на подвижной детали весов. Мост питается переменным током. Чувствительность устройства увеличивается при увеличении частоты и амплитуды питающего напряжения, а также площади пластин.

Другие типы емкостных датчиков основаны на измерении величины емкости конденсатора и требуют более сложных схем.

Оптические устройства

Оптические устройства применяются только в неавтоматических весах. В самодельных весах удобнее использовать готовые, серийные приборы, например, микроскоп и автоколлиматор [66].

Микроскоп располагается таким образом, чтобы в поле зрения был виден указатель (штрих на стекле, тонкая натянута нить), размещенный на подвижной детали весов. Контроль нулевого положения осуществляется по указателю и перекрестью в окуляре микроскопа. В комплект магнитометра МА-21 и некоторых других приборов входит автоколлимационное устройство, предназначенное для измерения угловых перемещений чувствительной системы. Подобное устройство с успехом может быть использовано для индикации нуля магнитных весов, для чего достаточно укрепить на оси вращения коромысла плоское зеркальце точно так, как это сделано в магнитометре. Поскольку микроскоп и автоколлиматор не подвергаются никаким переделкам, они в любой момент могут быть сняты и использованы по своему прямому назначению.

Система компенсации

Система компенсации магнитных весов предназначена для уравнивания, компенсации поonderомоторной силы, действующей на образец, другой, обратной ей силой с целью определения ее величины, т. е. для осуществления нулевого метода измерения.

Различные системы компенсации отличаются, в основном, по виду используемой для уравнивания силы (силы тяжести, упругой деформации, силы магнитного или электростатического взаимодействия и др.). Наибольшим распространением пользуются магнитные системы уравнивания, которые обес-

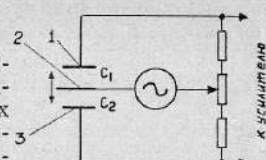


Рис. 5. Схема емкостного дифференциального следящего устройства.

1, 3 — неподвижные пластины конденсаторов C_1 и C_2 ; 2 — общая подвижная пластина

печивают необходимую точность и плавность компенсации, высокую чувствительность весов, могут быть применены практически в любых весах [66, 79]. Принцип действия магнитных систем основан на использовании силы взаимодействия магнитного поля неподвижной катушки, питаемой постоянным током, с полем магнитного элемента (небольшого постоянного магнита), укрепленного на подвижной детали весов, в качестве уравнивающей силы (рис. 6.).

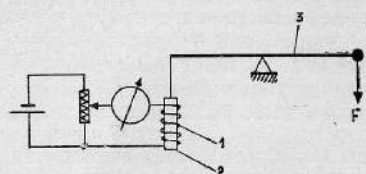


Рис. 6. Схема устройства магнитной системы компенсации.

F — измеряемая сила; 1 — компенсационная катушка; 2 — постоянный магнит; 3 — коромысло.

Поскольку при нулевом методе измерения расстояние между катушкой и постоянным магнитом поддерживается практически неизменным, величина уравнивающей силы оказывается линейной функцией силы тока в катушке. Следовательно, мерой измеряемой силы является значение силы тока, которое очень просто определить с необходимой точностью.

Постоянные магниты должны быть изготовлены из высококачественных магнитных материалов (алнико и др.). Обычные стали использовать не рекомендуется, так как они очень быстро теряют свою намагниченность, что приводит к очень низкой точности и воспроизводимости результатов измерений.

Существенный недостаток магнитных систем компенсации, заметно усложняющий их конструкцию при применении в магнитных весах, заключается в чувствительности магнитного элемента к внешним неоднородным магнитным полям, сильным источником которых является электромагнит. В результате взаимодействия полей рассеивания электро-

магнита с полем магнитного элемента возникает сила, действующая на подвижную деталь и сравнимая по величине с измеряемой, или даже превышающая ее, что резко снижает чувствительность весов. Существует несколько способов борьбы с влиянием внешних неоднородных полей: размещение деталей системы компенсации в магнитном экране; замена одиночного магнита подвижной детали весов комбинацией из двух или нескольких, образующих астатическую магнитную систему; компенсация влияния с помощью дополнительного небольшого магнита. Первые два способа по отдельности не дают достаточно эффективной защиты от влияния полей рассеивания, но их одновременное использование позволяет снизить уровень помехи до пренебрежимо малой величины. Третий способ подразумевает использование дополнительного постоянного магнита для компенсации влияния на основной магнит. Компенсация производится подбором момента этого магнита и места его расположения на подвижной детали весов.

В случае замены постоянных магнитов чувствительной системы весов на небольшую катушку с током окажется возможным использовать для уравнивания силу взаимодействия поля рассеивания с полем катушки (рис. 7). Недостатками этого варианта системы компенсации является сложность подведения тока к катушке, укрепленной на подвижной детали весов, и изменение чувствительности весов при всяком изменении напряженности поля электромагнита. Последнее обстоятельство исключает возможность применения данного способа в весах, предназначенных для снятия кривых намагничивания и измерения коэрцитивных сил.

Если питать неподвижную катушку переменным током, а на подвижной детали весов разместить металлическую пластину (короткозамкнутый виток), то между пластиной и катушкой возникает сила отталкивания (поле токов Фуко в пластине направлено противоположно индуцирующему эти токи переменному полю катушки). Достоинством подобной схемы системы компенсации является независимость от внешних неоднородных полей, недостатком — нелинейность зависимости между силой тока в катушке

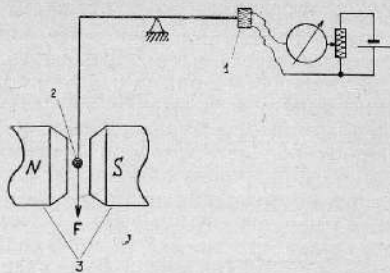


Рис. 7. Схема устройства магнитной системы компенсации, основанной на использовании поля рассеивания электромагнита.

1 — подвижная катушка с током; 2 — образец; 3 — полюса электромагнита

и величиной уравновешивающей силы (сила пропорциональна квадрату тока).

В магнитных системах компенсации процесс уравновешивания осуществляется изменением, регулируемой силы тока в катушке (подвижной или неподвижной в зависимости от конкретной конструкции) вручную, с помощью реостата, или автоматически, с помощью реохорда, подвижный контакт которого перемещается электродвигателем. Диапазон измерения ограничивается величиной полного сопротивления реохорда. Регулировка чувствительности весов выполняется изменением напряжения источника питания. Источником питания системы компенсации могут служить либо батарея аккумуляторов, либо сетевой стабилизированный блок.

Полярность включения компенсационных катушек и их расположение относительно магнитного элемента подвижной детали выбирается, исходя из условия создания устойчивого равновесия коромысла в нулевом положении. При случайном колебании коромысла (или во время измерения) магнитный элемент перемещается в неоднородном поле катушек из области с одним значением напряженности в положение с

другим значением. В результате изменяется баланс сил, действующих на подвижную деталь, и результирующий момент может оказаться направленным на увеличение отклонения (например, при приближении магнита к притягивающему его соленоиду). В схеме управления в таком случае возникают незатухающие колебания, устранить которые невозможно. На рис. 8

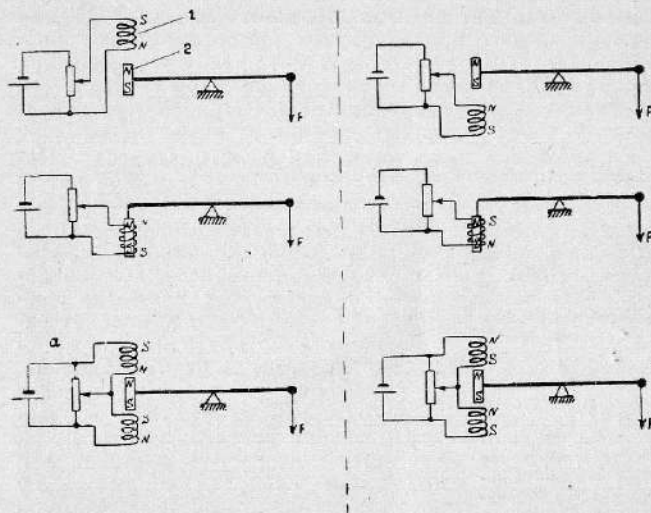


Рис. 8. Примеры схем систем компенсации с устойчивым равновесным положением коромысла (левая часть рисунка) и неустойчивым положением (правая часть рисунка).

1 — компенсационная катушка; 2 — постоянный магнит.

приведены схемы систем компенсации с устойчивым и неустойчивым нулевым положением коромысла.

Огромное значение имеет надежность электрического контакта ползунка реохорда с его обмоткой, малейшего нарушения которого (кратковременного обрыва цепи) достаточно для того, чтобы коромысло было отброшено из нулевого положения и запись оказалась безнадежно испорченной. Хорошим материалом для изготовления контактного устройства яв-

В механических системах компенсации источником уравнивающей силы служит сила упругой деформации пружины или торсионной нити [66]. В качестве торсионной обычно используется нить подвеса подвижной детали коромысловых или крутильных весов. Момент сил, необходимый для компенсации возникающего под действием измеряемой силы вращающего момента, создается путем закручивания нити (рис. 9). Угол закручивания служит мерой по-

Схема устройства весов с торзионной нитью. На рисунке изображены: 1 - корпус весов, 2 - торсионная нить, 3 - рычаг, 4 - грузоприемник. Стрелка F указывает на силу, действующую на рычаг.

Рис. 9. Схема устройства крутильных весов с уравниванием торсионной нитью

Основными материалами для изготовления упругих элементов служат тонкие нити из кварца, вольфрама, стали, фосфористой бронзы и др.

Сервосистема

24

Сервосистема состоит из электронного усилителя, реверсивного конденсаторного электродвигателя и редуктора (рис. 10). На вход электронного усилите-

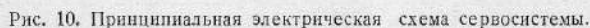


Схема усилителя содержит в себе модулятор (вибропреобразователь), несколько каскадов усиления

переменного напряжения и каскад усиления мощности. Вибропреобразователь выполняет преобразование (модуляцию) постоянного напряжения в переменное с частотой 50 гц. Если следящее устройство питается от сети, то необходимость в модуляции отпадает.

Подобная сервосистема имеется в каждом промышленном самопишущем приборе. В литературе встречаются описания весов, в которых серийный самопишущий прибор (обычно ЭПП-09) одновременно выполняет и автоматическое управление весами и регистрацию результатов измерения. Имеющие место в этих случаях изменения в конструкции прибора, как правило, исключают возможность его дальнейшего использования по своему, прямому назначению.

Регистрация результатов измерений

Результат измерения на автоматических магнитных весах представляет собой кривую изменения намагниченности образца ($I(T)$, $I(H)$) или ее первой производной ($\frac{\partial I}{\partial T}$, $\frac{\partial I}{\partial H}$), полученную в результате непрерывной записи показаний весов. Запись кривой осуществляется самописцем, на вход которого подается сигнал, служащий в данных весах мерой намагниченности или скорости ее изменения.

Нулевой метод измерения

В качестве величины, пропорциональной намагниченности образца, записывается сила тока в магнитной системе компенсации или падение напряжения на участке реохорда, служащего для измерения угла закручивания торсионной нити в механических системах компенсации (ползунок реохорда вращается двигателем, закручивающим нить) [61, 66, 79].

Мерой скорости изменения намагниченности является скорость изменения уравнивающей силы. Сигнал, необходимый для регистрации и измерения этих величин, может быть получен несколькими способами (рис. 11).

1. Вращающий момент с вала реверсивного двигателя сервосистемы через редуктор с повышением

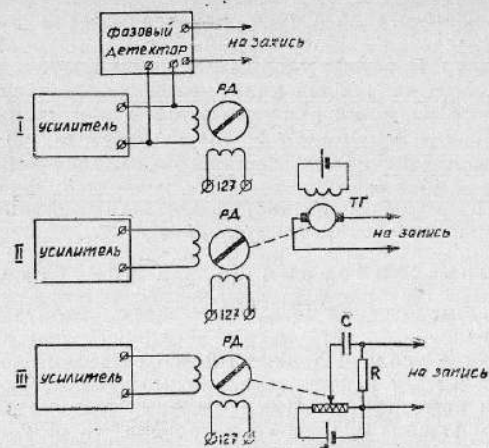


Рис. 11. Способы получения сигнала, пропорционального скорости изменения измеряемой ponderomotorной силы.

I — с помощью фазового детектора; II — с помощью тахогенератора; III — с помощью дифференцирующей RC цепочки. РД — реверсивный электродвигатель сервосистемы. ТГ — тахогенератор.

числа оборотов передается на генератор постоянного тока (тахогенератор). Напряжение, развиваемое генератором во время работы системы компенсации, пропорционально скорости вращения сервомотора, а значит и скорости изменения уравнивающей силы.

2. Схема усилителя дополняется фазовым детектором (демодулятором). Выходное напряжение усилителя (или датчика положения подвижной детали) демодулируется и используется для записи. Величина этого напряжения определяет скорость вращения сервомотора.

3. Напряжение, используемое для регистрации интегральной кривой (кривой изменения намагниченности), подается на вход дифференцирующей RC цепочки. На выходе цепочки появляется необходимый сигнал, его параметры могут быть рассчитаны или подобраны опытным путем.

Для непрерывной записи показаний весов пригоден практически любой серийный самопишущий потенциометр. Наиболее удобны двухкоординатные (например, ПДС-021), один канал которых используется для записи значений намагниченности или скорости ее изменения, второй осуществляет развертку по температуре или напряженности магнитного поля (в зависимости от вида анализа). В результате получается кривая в нужных координатах. Остальные самописцы выполняют только временную развертку.

Компенсационный метод измерения

В автоматических магнитных весах, работающих по компенсационному методу измерения, выходное напряжение усилителя детектируется фазовым детектором и питает непосредственно катушки магнитной системы компенсации. При изменении знака и амплитуды расбаланса следящего устройства (в результате смещения подвижной детали весов) происходит изменение фазы и величины выходного напряжения, а также направления и силы тока в компенсационных катушках.

Следовательно, сигнал на выходе фазового детектора определяет силу и направление тока в системе уравнивания и может быть зарегистрирован в качестве меры намагниченности [66].

Для записи кривой значений первой производной напряжения с фазового детектора необходимо пропустить через дифференцирующую RC цепочку.

Блок нагревов

Блок нагревов состоит из печи и терморегулятора, качество его работы во многом определяет точность и достоверность данных дифференциального термомагнитного анализа (ДТМА).

Печь

Для осуществления ТМА и ДТМА необходимо нагреть образец до температур, превышающих точку Кюри данного минерала. В общем случае печь должна быть рассчитана на нагрев не менее чем до $750-800^\circ\text{C}$,

т. е. до температур, превышающих T_k всех известных ферромагнетиков. Наиболее пригодны для этой цели трубчатые печи сопротивления. Основу трубчатой печи составляет цилиндр из жаростойкого немагнитного материала (кварца, фарфора, шамота и др.), на который бифилярно и равномерно (на длине, в несколько раз превышающей размер образца) намотан тепловыделяющий элемент — обычно нихромовый провод (рис. 12). Небольшие размеры печи, ограничивае-

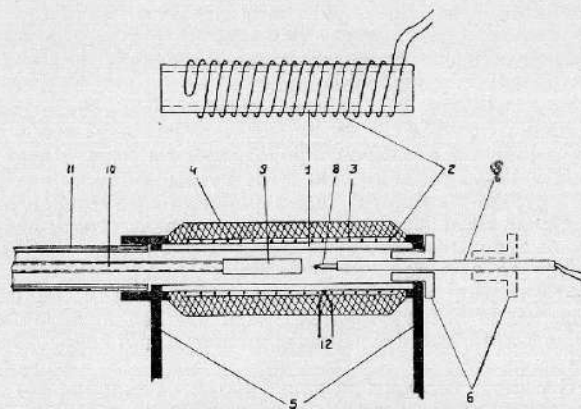


Рис. 12. Устройство печи:

1 — кварцевая трубка; 2 — нихромовый провод; 3 — слой слюды; 4 — асбестовая теплоизоляция; 5 — латунные кронштейны; 6 — подвижная фарфоровая крышка; 7 — двухканальная фарфоровая трубка; 8 — измерительная термопара; 9 — контейнер с пробой; 10 — коромысло весов; 11 — кварцевая трубка; 12 — контрольная термопара.

мые шириной зазора между полюсами электромагнита, вынуждают использовать для изготовления нагревателя провода большого диаметра (до $1-1,5$ мм) и питать его большими токами (до $10-15$ а и более). Обмотка должна быть надежно закреплена термостойкой обмазкой или уложена в специальные пазы на внешней поверхности керамического цилиндра, иначе в поле электромагнита возникает сильная вибрация проводов нагревателя (питаемых переменным током), способная привести к замыканию соседних витков и

постепенному разрушению теплоизоляции и керамики. По этой же причине невозможно использование нагревателя открытого типа (размещение незащищенного провода на внутренней поверхности), кроме того, в этом случае с обмотки постоянно отслаивается окалина, загрязняющая образец. В качестве теплоизоляции очень удобно использовать асбестовый шнур, наматываемый поверх обмотки плотно, с пропиткой жидким стеклом. При первом прогреве жидкое стекло высыхает и вспенивается, надежно скрепляя асбест. Между нагревателем и теплоизоляцией необходим электроизоляционный слой (например, слюдяной), так как прогоревшая хлопчатобумажная основа асбестового шнура электропроводна.

Конструкция с хорошей теплоизоляцией очень медленно остывает, следствием чего является небольшое количество опытов, проводимых за день. Интенсивное охлаждение достигается путем обдува сильной струей воздуха одновременно внутреннего пространства и наружной поверхности печи. В отношении быстроты охлаждения очень эффективна конструкция со съемной теплоизоляцией (например, разъемный толстостенный цилиндр из шамота). С целью сокращения потерь времени на охлаждение выгодно также иметь две одинаковые, попеременно используемые печи.

С одной стороны в печь вводится коромысло с размещенным на нем образцом, с другой — измерительная термопара. Для простоты и удобства смены образца печь может быть съемной или передвижной, но ее расположение относительно образца и горячего спая термопары должно строго выдерживаться от опыта к опыту, в противном случае воспроизводимость показаний термопары и теплового режима нагревания пробы окажется очень низкой.

Не следует допускать возможности воздухообмена внутреннего объема печи с окружающим пространством во время нагрева — наличие открытых наружу отверстий оказывается причиной возникновения конвекционных воздушных потоков (особенно сильных в области высоких температур), способных исказить тепловой режим и раскатать коромысло.

Конструкция печи с графитовым нагревателем применяется редко из-за трудности осуществления плавной регулировки температуры.

Терморегулятор

В ДТМА режим нагревания исследуемого образца должен быть близким к линейному и хорошо воспроизводиться от опыта к опыту.

Следствием колебаний скорости изменения температуры образца являются колебания скорости изменения его намагниченности и появление „лишних“ пиков на термомагнитограмме. Нелинейность нагрева приводит к существенным искажениям записи, заключающимся в различии цепи деления на различных температурных интервалах. Все это вызвано тем, что фактически регистрируемым значением при записи кривой ДТМА является не $\frac{dI}{dT}$, а $\frac{dI}{dt} \cdot \frac{\partial I}{\partial T} \cdot \frac{\partial T}{\partial t}$ (где t — время). Весы, предназначенные лишь для ТМА, не столь критичны к колебаниям скорости изменения температуры.

Достижение линейности и воспроизводимости температурного режима возможно только при условии питания печи с помощью программного терморегулятора (механического или электронномеханического) [12, 70].

Механические терморегуляторы осуществляют плавный нагрев следующим образом. Вращательное движение с вала синхронного электромотора передается на ползунок автотрансформатора через фигурный (программный) диск, обеспечивающий ползунку неравномерное движение по программе, определяемой формой диска (рис. 13). Скорость увеличения силы тока в печи на начальном этапе нагревания достаточно велика для того, чтобы преодолеть тепловую инерцию нагревателя, затем плавно снижается и в области высоких температур вновь возрастает, компенсируя повышенную теплоотдачу печи в окружающее пространство. Форма программного диска подбирается опытным путем для данной печи и конкретной скорости нагрева и позволяет добиться высокой линейности процесса увеличения температуры. Изменение скоро-

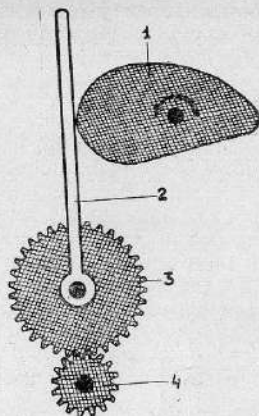


Рис. 13. Устройство программного механического терморегулятора

1 — фигурный (программный) диск, вращаемый синхронным моторчиком; 2 — рычаг; 3 — шестерня, жестко связанная с рычагом; 4 — шестерня, укрепленная на одной оси с ползунком автотрансформатора.

С ростом температуры в печи растет ТЭДС и начинает превышать э. д. с. компенсации. Появляется разностный сигнал, который усиливается УПТ и уменьшает силу тока в нагревателе. При понижении температуры ТЭДС уменьшается и приводит к увеличению силы тока и т. д.

Если теперь увеличивать напряжение компенсации по какому-либо закону, температура в печи последует за этим увеличением почти по тому же самому закону.

Компенсация ТЭДС может быть произведена двумя способами: увеличением тока компенсации (рис. 14, а), изменением соотношения плеч делителя напряжения, образованного контрольной термопарой и потенциометром (рис. 14, б). Практически она выполняется в процессе нагрева путем равномерного, линейного вращения ползунка потенциометра R (в обоих способах)

сти нагревания осуществляется сменой диска и изменением скорости его вращения. Для воспроизведения температурного режима необходимо начинать нагрев каждый раз с одной и той же температуры. Механический программный терморегулятор имеется, например, в серийной установке термического анализа (УТА).

Электронномеханические терморегуляторы построены на компенсационном принципе действия. Термоэлектродвижущая сила (ТЭДС) контрольной термопары, вмонтированной в нагреватель, компенсируется встречным током от высокостабильного источника постоянного напряжения (рис. 14). Сигнал с термопары подается на вход усилителя постоянного тока (УПТ), управляющего регулятором тока, питающего нагреватель.

синхронным электродвигателем через редуктор. Скорость нагревания определяется временем полного оборота ползунка (числом оборотов на выходе редуктора), постоянство скорости — качеством намотки проволочного потенциометра и постоянством числа оборотов мотора.

Регулировка тока, питающего нагреватель, производится с помощью автотрансформатора, подвижный контакт которого перемещается реверсивным электродвигателем, нагруженным на выход УПТ.

Таким образом, электронномеханический регулятор состоит из следующих основных узлов (рис. 15):

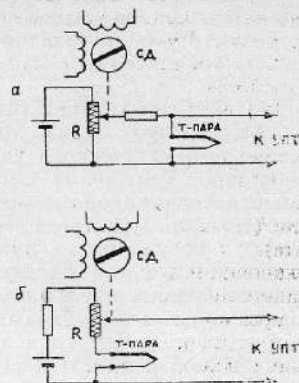


Рис. 14. Варианты устройства датчика линейного нагрева электронномеханического терморегулятора

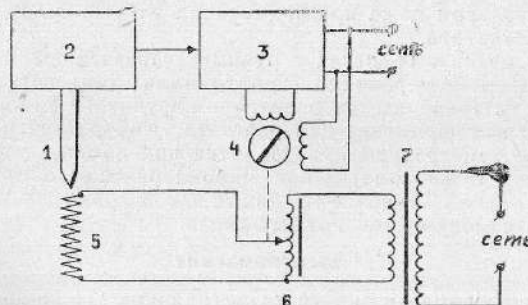


Рис. 15. Блок-схема электронномеханического терморегулятора

1 — контрольная термопара; 2 — датчик линейного нагрева; 3 — усилитель постоянного тока; 4 — реверсивный электродвигатель; 5 — нагреватель печи; 6 — автотрансформатор; 7 — понижающий трансформатор.

1) датчика линейного нагрева (проволочный потенциометр, контрольная Т-пара, синхронный двигатель с редуктором, стабилизированный источник питания);
2) сервосистемы (УПТ, реверсивный двигатель, редуктор);

3) регулятора силы тока.

Видно, что схема терморегулятора аналогична схеме автоматического управления весами. Возможно некоторое упрощение схемы за счет использования вместо сервомотора и ЛАТРа ртутного переключателя (также управляемого усилителем постоянного тока). Регулировка производится автоматически, включением и выключением нагревателя. Нагрев идет скачкообразно, необходимой плавности роста температуры пробы в небольшой, малоинерционной печи добиться практически невозможно. По этой же причине и любая другая схема, основанная на релейном принципе управления током в печи, пригодна лишь при выполнении ТМА, но не ДТМА.

Плавность режима нагревания зависит, кроме того, от места размещения горячего спая контрольной термопары. Чем меньше разница температур между спаем и нагревательной обмоткой, тем выше плавность. При размещении термопары во внутреннем объеме печи в воздухе не удастся избавиться от скачков температуры даже при применении электронного терморегулятора.

В магнитных весах с ручным управлением и точечными измерениями необходимая температура в печи устанавливается оператором вручную с помощью автотрансформатора или реостата. Контроль и измерение температуры производится при помощи термопары и гальванометра или пирометрического милливольтметра. Может быть также использован для этой цели самопишущий потенциометр.

Электромагнит

Электромагнит является источником неоднородного магнитного поля, намагничивающего образец и необходимого для создания пондеромоторной силы.

Произведение $H \frac{\partial H}{\partial x}$ во многом определяет чувствительность магнитных весов, поэтому необходимо

использовать полюсные наконечники такого профиля, который позволяет получить по возможности больший градиент напряженности поля в месте размещения образца (рис. 16) [79]. Другим важным требованием, предъявляемым к профилю полюсных наконечников, является постоянство

значения $H \frac{\partial H}{\partial x}$ в пределах возмож-

ных перемещений образца, имеющих место во время измерения. Выполнение этого требования повышает устойчивость работы системы компенсации и снижает погрешность измерения, обусловленную перемещением пробы в неоднородном магнитном поле. Кроме того, электромагнит должен обеспечивать получение напряженности поля в объеме образца, достаточной для насыщения любого из исследуемых ферромагнитных минералов. В большинстве случаев можно удовлетвориться и сравнительно небольшими полями (до 1000—2000 э).

Каждое колебание сетевого напряжения в процессе записи, повлияв на величину напряженности поля, отразится на регистрируемой кривой, поэтому электромагнит необходимо питать от стабилизированных источников. Вполне пригодны для этой цели серийные стабилизаторы переменного напряжения Б2-2 и Б2-3. Стабилизатор Б2-2 обеспечивает ток в нагрузку до 2,2 а, Б2-3 — до 5 а при напряжении 220 вольт. Конструкция этих приборов делает возможной их параллельную работу и увеличение тем самым потребляемого тока вдвое.

Плавное изменение напряженности магнитного поля (при снятии кривой насыщения в автоматическом режиме) выполняется с помощью синхронного моторчика, перемещающего ползунок автотрансформатора

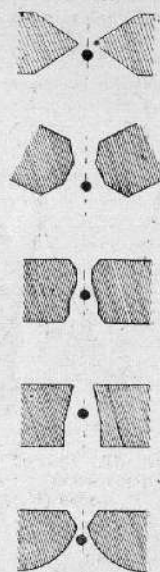


Рис. 16. Профили полюсных наконечников для создания неоднородных магнитных полей (Чечерников).

(ЛАТРа или РНО). Полная петля гистерезиса снимается следующим образом: сначала ток увеличивается до максимального значения, затем с той же скоростью снижается до нуля, после чего изменяется полярность подключения обмоток электромагнита к выпрямителю и повторяется цикл увеличения и уменьшения силы тока (рис. 17). Определить величину коэрцитивной

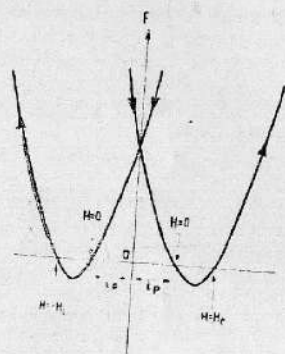


Рис. 17. Способ измерения коэрцитивной силы с помощью весов (Пагата).

силы по одиночной ветви петли гистерезиса возможно только в том случае, если точно известна величина обратного тока, снимающего остаточную намагниченность сердечника электромагнита [61].

Используя для передвижения ползунка автотрансформатора программный диск (подобно тому, как это делается в механических терморегуляторах), можно добиться линейного изменения напряженности поля. Измерение напряженности и развертка кривой по полю осуществляется с помощью датчика Холла или реохорда, движок которого вращается тем же синхронным электродвигателем, что и ползунок автотрансформатора.

Механическая чувствительная система

Механическая чувствительная система является основным узлом магнитных весов, благодаря которому и оказывается возможным сам процесс взвешивания.

Крутильные весы

Чувствительная система крутильных весов представляет собой рычаг (коромысло), подвешенный го-

ризонтально на вертикальных растяжках — тонких упругих нитях (рис. 1, б). Основу коромысла составляет крестовина, удерживающая его в горизонтальной плоскости. К вертикальным лучам крестовины крепятся нити подвеса, к горизонтальным — рабочее и вспомогательное плечи коромысла. Рабочее плечо, несущее на себе исследуемый образец, изготавливается из термостойкого немагнитного материала с небольшим коэффициентом термического расширения (кварц, фарфор). Остальные детали коромысла могут быть выполнены из немагнитного металла. На вспомогательном плече размещаются одна из частей следящего устройства (заслонка фотоэлектрического датчика, сердечник дифференциального линейного трансформатора, пластина емкостного датчика), магнитный элемент магнитной системы компенсации или детали крепления пружин механической системы компенсации, а также пластина демпфера. Здесь же может быть размещено приспособление для балансировки коромысла по весу, необходимой для совмещения центра масс коромысла с осью его вращения.

Кроме того, в конструкцию весовой системы входят:

- 1) устройство для натяжения нитей;
- 2) устройство для перемещения нитей по вертикали;
- 3) приспособление для перемещения (вращения) коромысла в горизонтальной плоскости;
- 4) приспособление для выведения нитей в вертикальное положение.

Растяжки представляют собой тонкие нити или плоские ленты, изготовленные из материала, мало подверженного пластическим деформациям (кварц, вольфрам, сталь и др.). Натяжение растяжек осуществляется пружиной или грузом, перемещение коромысла в горизонтальной плоскости с целью выведения в нулевое положение — с помощью микрометрического винта. Выведение нитей подвеса в вертикальное положение производится обычно небольшими перемещениями всей конструкции и необходимо для устранения возможности возникновения вращающего момента из-за неточной балансировки или нестандартного по массе образца. Размеры деталей чувствитель-

ной системы выбираются, исходя из необходимой чувствительности весов и используемых материалов [66].

Масса коромысла (момент инерции) определяет продолжительность опыта и разрешающую способность весов. Быстро протекающие процессы могут изучаться только на весах с маломинерционной, предельно легкой чувствительной системой. Чувствительная система должна быть надежно защищена от малейших движений воздуха, от механических сотрясений и вибраций, а также от резких колебаний температуры.

Коромысловые весы

Основное отличие коромысловых весов от крутильных заключается в горизонтальном расположении оси вращения коромысла. Конструктивные элементы, устройства и приспособления в целом сохраняются.

Работа на коромысловых весах сложнее, так как необходимо производить балансировку коромысла по весу практически после каждой смены образца. Результаты измерения отягощаются ошибками, искажениями регистрируемой кривой, обусловленными изменением массы образца в процессе нагрева, что особенно сильно проявляется при изучении осадочных пород и минералов.

В отличие от крутильных весов в коромысловых образец и детали, необходимые для управления чувствительной системой, могут быть размещены не на самом коромысле, а на подвесах к нему (рис. 18). В случае использования для магнитных измерений аналитических весов достаточно заменить чашки подвесами, не подвергая заводскую конструкцию переделкам.

Маятниковые весы

Чувствительной системой маятниковых весов служит магнитный маятник — рейка, подвешенная на двух V-образных подвесах (рис. 19, 1, в) [61, 79]. Во время измерения рейка совершает только продольные перемещения под действием направленной вдоль нее составляющей пондеромоторной силы. V-образная

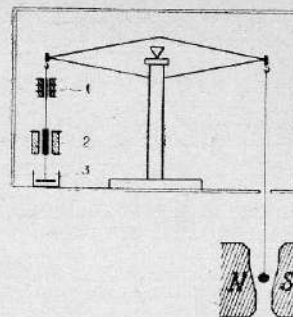


Рис. 18. Размещение образца и деталей управления весами на подвесах к коромыслу.
1 — дифференциальный линейный трансформатор;
2 — магнит и катушка системы компенсации; 3 — жидкостный демпфер.

конструкция подвесов, состоящих из двух расположенных под углом друг к другу нитей, необходима для исключения влияния составляющей измеряемой силы, перпендикулярной к подвижной детали.

Основным требованием, предъявляемым к чувствительной системе маятниковых весов (как и любых других), является предельно малая масса подвижной детали и укрепленных на ней элементов управления весами.

Чувствительность маятниковой системы возрастает с увеличением длины нитей и резко падает, если плоскости, в которых они расположены (плоскости V-образных подвесов), не параллельны друг другу и не перпендикулярны направлению перемещения маятника. Следовательно, при изготовлении весов необходимо предусмотреть приспособления для вращения плоскостей подвесов и для их перемещения относительно друг друга.

Использование в качестве следящего устройства дифференциального линейного трансформатора в маятниковых магнитных весах нецелесообразно, так как в данном случае влияние силы взаимодействия ферромагнитного сердечника с полем рассеивания электромагнита на показания весов окажется наиболее

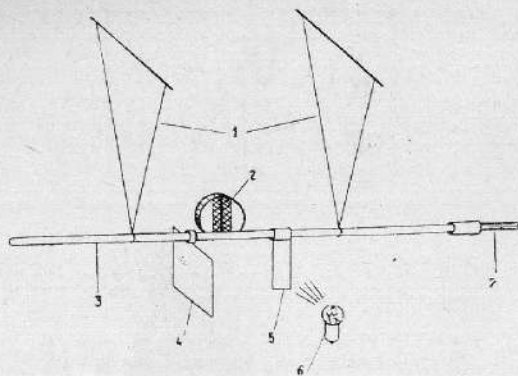


Рис. 19. Схема устройства маятниковых весов.

1 — нити подвеса; 2 — фотосопротивление; 3 — рейка; 4 — пластина демпфера; 5 — заслонка фотоэлемента; 6 — осветитель; 7 — магнит системы компенсации.

заметным. Нити подвесов также могут быть изготовлены только из немагнитных материалов.

Демпфирование

Высокочувствительные весы характеризуются незначительной величиной силы трения, возникающего при перемещении их подвижных деталей. Вследствие этого затухание колебаний чувствительной системы, выведенной из положения равновесия, происходит очень медленно, что неизбежно приводит к возникновению автоколебаний в системе автоматического управления весами [66]. В весах, предназначенных для работы в режиме дифференциальной записи, необходимо полное устранение возможности возникновения колебаний подвижной детали. Это достигается при помощи демпферов.

Наиболее простыми и распространенными являются жидкостные демпферы, состоящие из ванночки с маслом и погруженной в масло пластины, жестко связанной с подвижной деталью и перпендикулярной направлению ее движения. Режим демпфирования регулируется путем изменения уровня масла в ванночке.

В магнитном демпфере сила сопротивления движению чувствительной системы возникает в результате взаимодействия поля токов Фуко в проводящей пластине, перемещающейся между полюсов сильного постоянного магнита, с полем этого магнита. К недостаткам магнитного демпфера следует отнести его влияние на работу магнитной системы компенсации и взаимодействие с ферромагнитными примесями в материале пластины.

Воздушные демпферы недостаточно эффективны.

Эффективным, но сложным в изготовлении и настройке является электронный демпфер, действующий следующим образом. Выходное напряжение усилителя сервосистемы демодулируется фазовым детектором, дифференцируется RC цепочкой и питает дополнительную демпфирующую катушку, взаимодействующую с магнитным элементом системы компенсации. Сила этого взаимодействия оказывается пропорциональной скорости движения коромысла и препятствует этому движению (напряжение на выходе дифференцирующей цепочки пропорционально скорости смещения коромысла).

Арретирование

Назначение арретира — предохранение весов от случайной поломки при смене образца. Арретируются наиболее нежные элементы чувствительной системы: фиксируется крутильный рычаг или рейка для защиты нитей от обрыва; приподнимается коромысло аналитических весов для освобождения от нагрузки аналитических призм и подушек и т. д. [66].

Арретиры существенно образом усложняют весовую систему и сами могут (в случае неосторожности оператора) явиться причиной выхода весов из строя, поэтому их введение не всегда целесообразно. Чтобы избежать поломок, обычно достаточно установить неподвижные ограничители допустимых пределов перемещения подвижной детали весов и аккуратно обращаться с весами.

Глава II

ОСНОВНЫЕ МОМЕНТЫ НАСТРОЙКИ АВТОМАТИЧЕСКИХ МАГНИТНЫХ ВЕСОВ

Механическая чувствительная система

Настройка смонтированной механической чувствительной системы начинается с натяжения нитей подвеса и установления необходимого положения коромысла по высоте (крутильные весы) или по горизонтальному расположению растяжек плечи коромысла (коромысловые весы).

Ответственным моментом наладки является балансировка коромысла (совмещение центра тяжести с осью вращения) под средний вес образца. При горизонтальном расположении растяжек плечи коромысла уравниваются облегчением или утяжелением одного из них.

В маятниковых весах выравнивается длина всех нитей и производится регулировка на строгую параллельность между собой и перпендикулярность рейке плоскостей V-образных подвесов.

Режим колебательного движения чувствительной системы любых весов должен быть близким к аperiodическому, что достигается подбором степени демпфирования.

Схема автоматического управления весами

Схема автоматического управления весами состоит из следящего устройства, сервосистемы и системы компенсации.

Следящее устройство балансируется в нулевом положении чувствительной системы. При подаче на

вход усилителя сервосистемы сигнала расбаланса следящего устройства, возникающего при отклонении коромысла из нулевого положения, должны работать реверсивный электродвигатель и наблюдаться зависимость направления и скорости его вращения от знака и величины отклонения.

После проверки работоспособности магнитной системы уравнивания, заключающейся в ручном изменении силы тока в компенсационных катушках (коромысло при этом должно смещаться в ту или иную сторону), включается механическая передача вращательного движения с вала электродвигателя на регулятор силы тока (реохорд). Если при отклонении коромысла сервосистема производит действие, направленное не на компенсацию, а на увеличение отклонения, следует изменить полярность подключения выхода следящего устройства ко входу усилителя или поменять местами выводы одной из обмоток статора двигателя. Коэффициент усиления усилителя подбирается с таким расчетом, чтобы максимальные обороты сервомотор развивал в результате смещения образца примерно до границ области с постоянным значением произведения $H \frac{\partial H}{\partial x}$ межполюсного пространства электромагнита (на 1-5 мм).

После окончания данного этапа настройки может сложиться одна из двух возможных ситуаций.

1. Схема управления весами работает в режиме незатухающих автоколебаний. Реверсивный электродвигатель периодически изменяет направление вращения, коромысло перебрасывается из одного крайнего положения в другое.

Устранение автоколебаний достигается увеличением постоянной времени схемы управления (отрезка времени, необходимого для возвращения схемы в исходное состояние после отклонения коромысла) путем понижения с помощью редуктора числа оборотов на передаче с сервомотора на реохорд.

Устранение автоколебаний исключительно понижением числа оборотов приводит, как правило, к высоким значениям постоянной времени (до минуты и больше).

Это требует увеличения продолжительности опыта так как иначе скорость изменения намагниченности образца (в ходе опыта) может превысить возможности сервосистемы по скорости изменения уравновешивающей силы. Разрешающая способность весов по отношению к быстро протекающим процессам в таком случае резко упадет, регистрируемая кривая окажется существенным образом искажена.

Эффект, аналогичный увеличению постоянной времени схемы управления, может быть достигнут также частичным сужением диапазона измерения. Диапазон измерения уменьшается включением последовательно с реохордом сопротивлений, величины которых подбираются опытным путем (рис. 20). Посколь-

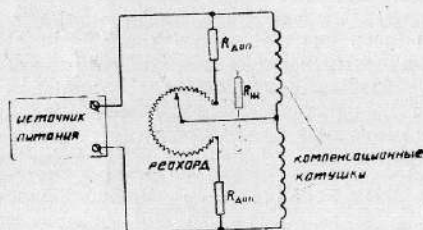


Рис. 20. Ограничение диапазона измерения весов с магнитной системой компенсации.

$R_{доп}$ — ограничивающее сопротивление; $R_{ш}$ — шунтирующее сопротивление.

ку в результате оказывается невозможным уменьшение силы тока в катушках до нуля, этот способ может быть использован только в схемах систем компенсации типа показанных на рис. 8 (а), в которых уравновешивающая сила создается за счет нарушения баланса токов во встречно включенных катушках. Данная регулировка не нарушается при любом изменении напряжения источника тока, питающего систему компенсации.

Одновременное использование обоих способов борьбы с автоколебаниями позволяет добиться устойчивой, стабильной работы схемы управления без су-

щественного завышения продолжительности анализа и значительного сужения диапазона измерения.

В весах с механической системой компенсации стабилизация режима работы достигается лишь понижением числа оборотов сервомотора. Уменьшение коэффициента усиления усилителя с целью устранения автоколебаний нежелательно, так как в результате оказывается возможным перемещение образца в ходе опыта за пределы области с постоянным значением $H \frac{\partial H}{\partial x}$, и падает разрешающая способность ве-

сов. II. Автоколебания отсутствуют. При отклонении коромысла от нулевого положения начинает работать система компенсации и возвращает его в нулевое положение. В этом случае имеет смысл увеличить число оборотов сервомотора для определения момента возникновения автоколебаний, что позволит выявить резерв постоянной времени (если он существует) и улучшить эту характеристику схемы управления.

Варьируя в небольших пределах редуцирование числа оборотов двигателя, ширину диапазона измерения, степень демпфирования, необходимо произвести окончательную настройку весов. После отклонения коромысла и ползунок реохорда должны перемещаться сервосистемой ровно, без рывков, при подходе к нулевому положению плавно уменьшать скорость и останавливаться точно в нулевом положении.

Демпфер выгодно изготовить регулируемым. При высоких чувствительностях (малых токах в системе компенсации) снижение степени демпфирования повышает разрешающую способность весов без ухудшения устойчивости их работы.

Блок нагревов

Продолжительность цикла нагревания образца определяется, исходя из постоянной времени схемы управления весами, размеров пробы и характера ожидаемых зависимостей $I(T)$. Скорость изменения намагниченности образца $\frac{\partial I}{\partial T} \cdot \frac{\partial T}{\partial t}$ не должна превышать

предельную скорость изменения сервосистемой уравновешивающей силы, а чрезмерное занижение скорости нагрева $\frac{\partial T}{\partial t}$ занижает чувствительность весов в режиме дифференциальной записи, так как вызывает падение измеряемых значений $\frac{dI}{dt}$ до уровня помех. Поскольку невозможно подобрать времени нагрева, удовлетворяющего этому условию для всего разнообразия объектов исследования, желательно предусмотреть возможность переключения продолжительности анализа. В механических терморегуляторах это осуществляется сменой программного диска и изменением скорости его вращения синхронным двигателем, в электронномеханических — только редукцией числа оборотов синхронного моторчика, работающего в схеме датчика линейного нагрева.

Настройка электронномеханического терморегулятора аналогична настройке схемы автоматического управления весами. Коэффициент усиления усилителя постоянного тока устанавливается в зависимости от необходимой точности контроля температуры, затем изменением редукции числа оборотов сервомотора, вращающего ползунок автотрансформатора, производится устранение автоколебаний в системе печь — терморегулятор.

Мощность источника питания печи должна обеспечивать любую необходимую скорость нагрева.

Блок управления электромагнитом

В весах, предназначенных только для выполнения ТМА и ДТМА, проверяется работоспособность электромагнита и производится его градуировка по потребляемому току с помощью какого-либо измерителя магнитной индукции.

Настройка блока управления электромагнита весов, рассчитанных на запись кривых насыщения и измерение коэрцитивных сил, сводится к нахождению формы программного диска, обеспечивающего линейное изменение напряженности поля от нулевого до максимального значения. Скорость изменения этой величины определяется исходя из тех же соображений, что и скорость нагрева.

Глава III

АВТОМАТИЧЕСКИЕ МАГНИТНЫЕ ВЕСЫ С ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ ФОРМОЙ ЗАПИСИ

Авторами изготовлены автоматические крутильные магнитные весы, действующие по нулевому методу измерения и предназначенные для выполнения как ТМА, так и ДТМА.

Чувствительная система весов состоит из крестовины, вставок, растяжек (рис. 21). Крестовина изго-

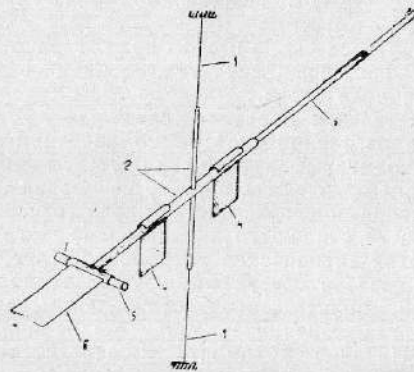


Рис. 21. Устройство чувствительной системы крутильных весов:

1 — растяжки; 2 — крестовина; 3 — рабочее кварцевое плечо коромысла; 4 — пластины жидкостного демфера; 5 — магниты аstaticической системы; 6 — заслонка фото-датчика.

товлеца из латунной трубки с внутренним диаметром 3 мм и латунного стержня диаметром 1 мм с помощью пайки. К стержню крепятся растяжки — стальные ленты шириной 1 мм, толщиной 0,1 мм при длине в 15 см. Рабочее плечо коромысла представляет собой кварцевую трубку с внешним диаметром 3 мм и длиной 150 мм, запаянную с обеих сторон и вклеенную разогретой канифолью в латунную трубку. С другой стороны на крестовине укреплены упругими зажимами аstaticкая магнитная система с ширмой-заслонкой и пластины демпфера, изготовленные из бронзовой фольги. Регулировка режима демпфирования выполняется перемещением по вертикали стаканчиков с маслом с помощью устройства, состоящего из шестерни и зубчатой рейки.

Высокая прочность стальных лент подвесов исключает их случайный обрыв, а значит и необходимость арретирования. Растяжки расположены в латунных трубах. Натяжение подвесов осуществляется пружиной, размещенной в нижней трубе, в верхней установлено устройство для перемещения коромысла по высоте и микрометрический винт для закручивания нитей с целью выведения коромысла в нулевое положение.

Балансируется коромысло при горизонтальном положении оси вращения утяжелением одного из плеч при сборке весов.

Чувствительная система, следящее устройство и катушки магнитной системы компенсации помещены в текстолитовый футляр, для защиты аstaticческой системы от влияния поля рассеивания электромагнита использован железный экран (рис. 22).

В качестве следящего использовано дифференциальное фотоэлектрическое устройство (рис. 3). Источником света в осветителе служит лампочка накаливания 13,5 вольт, светочувствительным элементом является дифференциальное фотосопротивление ФСК-7А. Питание фотомоста и осветителя осуществляется от транзисторного стабилизатора напряжения (рис. 23) с коэффициентом стабилизации около 2000. Регулировка выходного напряжения выполняется потенциометром R_1 , настройка сводится к

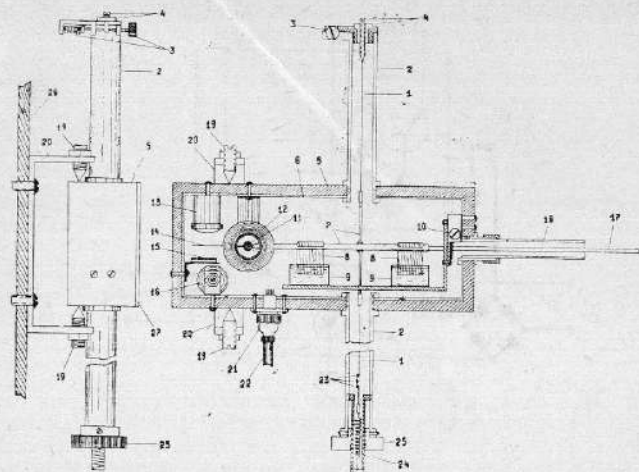


Рис. 22. Блок чувствительной системы авторегистрирующих крутильных весов.

1 — растяжки; 2 — латунные трубки; 3 — микрометрический винт для закручивания нитей; 4 — винт и вставка для перемещения коромысла по вертикали; 5 — текстолитовый корпус; 6 — железный экран; 7 — крестовина; 8 — пластины демпфера; 9 — ванночки с маслом; 10 — устройство для перемещения ванночек по вертикали; 11 — аstaticкая магнитная система; 12 — катушки системы компенсации; 13 — осветитель фотодатчика; 14 — заслонка фотодатчика; 15 — дифференциальное фотосопротивление; 16 — потенциометр балансировки фотомоста; 17 — кварцевое плечо коромысла; 18 — кварцевая трубка; 19 — конические винты безлофтового поворотного крепления конструкции; 20 — стальной кронштейн; 21 — штепсельный разъем; 22 — соединительный кабель; 23 — фиксаторы плоскости нитей подвеса; 24 — спиральная пружина; 25 — винт регулировки натяжения нитей; 26 — дюралевая плита; 27 — железная крышка блока.

подбору рабочего тока через стабилитрон D_5 в пределах 10—15 мА изменением величины сопротивления R^* . Транзистор T_5 установлен на радиаторе.

Система уравнивания весов — магнитная, состоит из двух компенсационных катушек, реохорда, аstaticческой магнитной системы и стабилизированного источника питания. Катушки намотаны на каркасах шириной 10 мм и внутренним диаметром 10 мм, содержат по 1500 витков провода ПЭЛ-0,05, соединены последовательно встречно. Аstaticческая магнитная система изготовлена из двух одинаковых постоянных цилиндрических магнитов (сплав алнико) диа-

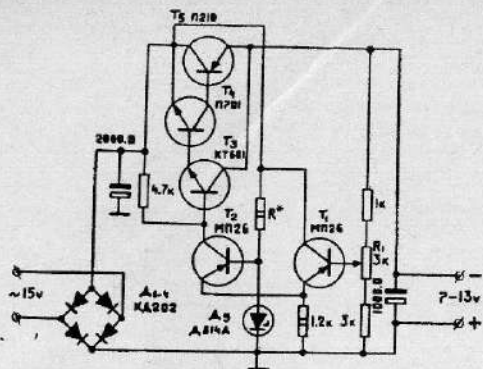


Рис. 23. Схема стабилизатора постоянного напряжения, питающего фотоэлектрическое устройство.

метром 3 мм и длиной 10 мм, которые вклеены эпоксидным компаундом в трубку из бронзовой фольги одноименными полюсами вплотную друг к другу (рис. 24). К трубке припаяны заслонка фотодатчика (также из бронзовой фольги) и латунный стержень, с помощью которого система крепится в отверстии крестовины.

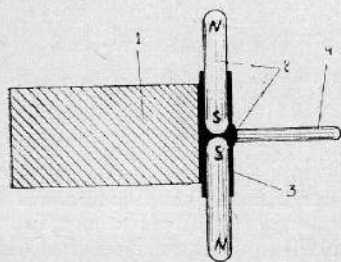


Рис. 24. Устройство астатической магнитной системы.
1 — заслонка фотодатчика; 2 — постоянные магниты; 3 — бронзовая трубка; 4 — латунный стержень.

Магниты, укрепленные на коромысле, располагаются между катушками, соосно с ними, в области максимального градиента создаваемого ими поля. Между каждой из катушек и ближайшим к ней магнитом существует сила отталкивания, что обеспечивает высокую устойчивость коромысла в нулевом положении. Уравновешивание ponderomotorной силы,

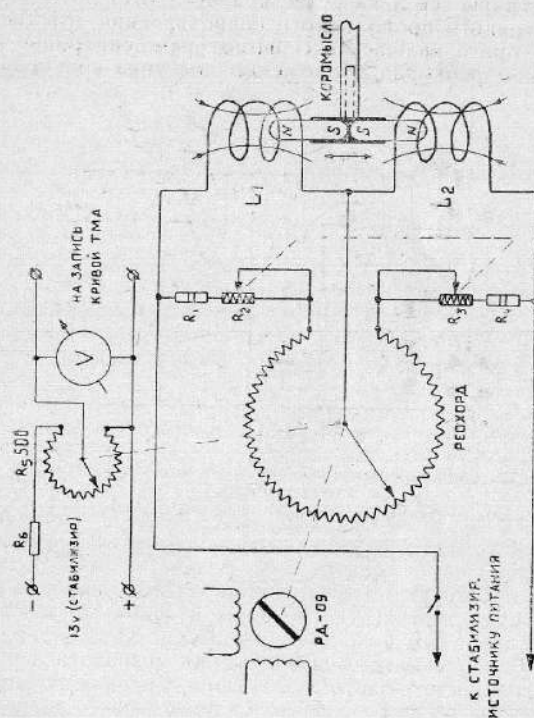


Рис. 25. Схема магнитной системы компенсации.
 L_1 и L_2 — компенсирующие катушки.

действующей на образец, производится перераспределением токов в катушках с помощью шунтирующего реохорда (рис. 25). Выбранная схема системы компенсации характеризуется практически линейным изменением уравнивающей силы при перемещении ползунка реохорда. Величина перемещения измеряется и регистрируется в качестве кривой ТМА с помощью высокоточного проволочного сопротивления R_5 , движок которого вращается сервомотором синхронно с ползунком реохорда. Положение ползунка контроли-

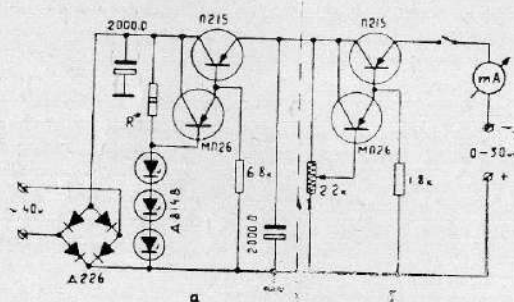


Рис. 26. Стабилизированный источник питания системы компенсации:
а — параметрический стабилизатор постоянного напряжения; б — регулятор напряжения.

руется по стрелочному прибору, показанному на схеме, изменяется (для смещения нулевой линии записи) сдвоенным потенциометром $R_2 - R_3$. Сопротивления R_1 и R_4 введены для сужения диапазона измерения во время настройки схемы автоматического управления весами.

Питается схема компенсации от параметрического транзисторного стабилизатора напряжения (рис. 26, левая часть схемы), изменение величины питающего систему напряжения для изменения чувствительности весов производится электронным регулятором (правая часть схемы).

Сервосистема весов состоит из усилителя постоянного тока (УПТ) и реверсивного электродвигателя (рис. 10). При изготовлении весов за основу взята схема УПТ серийного самопишущего потенциометра ПДС-021. Изменения в схеме заключаются, в основном, в ликвидации первых двух каскадов усиления, необходимость в которых отпала за счет высокой чувствительности фотодатчика, и замене двигателя 2АСМ-100 на РД-09. Отрицательная обратная связь в усилителе помимо снижения коэффициента усиления уменьшает предельную величину выходного напряжения, а значит и предельную скорость вращения сервомотора, что сужает диапазон измеряемых значений скорости изменения намагниченности. По этой причине из схемы исключена цепочка отрицательной обратной связи. С целью предельного снижения инерционности усилителя исключен конденсатор, шунтирующий его вход. Для регулировки коэффициента усиления введено переменное сопротивление R_1 . Кроме того, схема дополнена однополупериодным фазовым детектором на вибропреобразователе (ВП₁), сигнал с выхода которого используется для записи кривой ДТМА. Помимо основного редуктора, смонтированного в двигателе РД-09, изготовлен и установлен дополнительный, позволяющий простым переключением изменять скорость вращения ползунка реохорда системы компенсации (постоянную времени схемы управления весами) в 2,5 раза. Необходимость изменения постоянной времени схемы управления возникает, в основном, при изменении продолжительности опыта. Промежуток времени, необходимый для возвращения схемы в состояние равновесия после изменения нагрузки весов на 100%, составляет 20 или 50 секунд.

Нагрев исследуемых образцов, необходимый для выполнения ДТМА и ТМА, производится в трубчатой печи сопротивления (рис. 12). На кварцевой трубке с внутренним диаметром 8 мм намотан бифилярно нихромовый провод диаметром 1 мм. Теплоизоляция изготовлена из асбестового шнура с пропиткой силикатным клеем. В качестве электроизоляции (между нагревательным элементом и теплоизоляцией) использована листовая слюда. Внешний диаметр печи

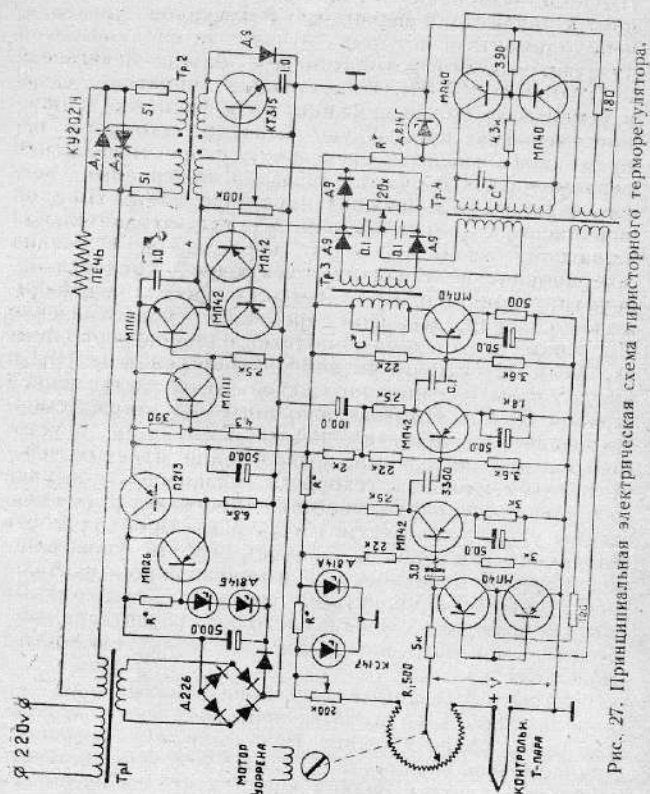


Рис. 27. Принципиальная электрическая схема тиристорного терморегулятора.

18 мм, длина 80 мм, потребляемая мощность составляет 300 ватт (при разогреве до 800°С со скоростью 160°/мин.). Печь укреплена на латунных кронштейнах и при смене образца передвигается с помощью приспособления, состоящего из шестерни и зубчатой рейки.

Для управления тепловым режимом печи изготовлен автоматический тиристорный терморегулятор, действующий по компенсационному методу (рис. 27). Сигнал, возникающий в результате сложения противоположно направленных термо-э. д. с. контрольной термопары (вмонтированной в нагреватель) и падения напряжения V , снимаемого с движка прецизионного проволоочного потенциометра R_1 , усиливается усилителем постоянного тока и подается на схему управления тиристорами D_1 и D_2 . Величина и знак выходного сигнала усилителя постоянного тока определяют момент открывания тириستоров относительно начала каждого полупериода сетевого напряжения и, тем самым, эффективное значение силы переменного тока, питающего печь. Если ТЭДС контрольной термопары заметно меньше величины падения напряжения, снимаемого с движка R_1 , сила тока в печи максимальна, если больше — ток равен нулю. Промежуточным значениям ТЭДС соответствуют средние значения силы тока. Таким образом, температура в печи определяется положением движка потенциометра R_1 . Для осуществления равномерного плавного разогрева образца движок вращается с постоянной скоростью через редуктор моторчиком Уоррена. Некоторое искажение линейности режима нагревания обусловлено преодолением тепловой инерции печи на начальном этапе нагревания и возрастающей при высоких температурах потерей тепла в окружающее пространство (рис. 28). Линейный режим охлаждения пробы (при записи кривых охлаждения) достигается изменением направления вращения движка потенциометра R_1 на обратное (одновременно включается вентилятор, охлаждающий печь снаружи).

Горячий спай контрольной термопары (хромель-алюмелевой) размещен между соседними витками нагревательной обмотки. Коэффициент усиления УПТ (около 3000) обеспечивает изменение силы тока в

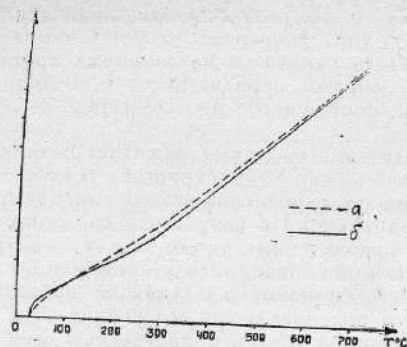


Рис. 28. Зависимость температуры в печи от времени с начала нагревания.
а — 15-минутный цикл нагрева; б — 5-минутный цикл.

нагревателе от нулевого значения до максимального (или наоборот) при изменении температуры горячей термопары на $7-10^\circ$, чего достаточно для поддержания температуры в печи (в статическом режиме работы терморегулятора) с точностью до 1° (при условии постоянства температуры холодной спая термопары). Предельная величина нагрузки терморегулятора зависит от типа применяемых тиристоров (аналогичные терморегуляторы могут быть использованы

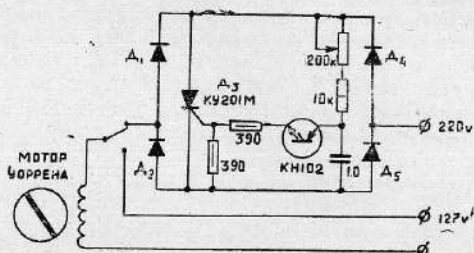


Рис. 29. Схема электронного переключателя числа оборотов мотора Уоррена.

также, например, для питания печей, предназначенных для выполнения термочисток в палеомантных исследованиях).

Продолжительность цикла нагрева определяется скоростью вращения моторчика и составляет 5 и 15 минут. Трехкратное уменьшение числа оборотов мотора производится путем снижения частоты сетевого напряжения с помощью тиристорного переключателя (рис. 29) [74].

Терморегулятор обеспечивает высокую воспроизводимость теплового режима от опыта к опыту вне зависимости от начальной температуры печи. Измерение температур производится с помощью хромель-алюмелевой термопары и одного из каналов самопишущего потенциометра ПДС-021. Калибруется измерительная термопара по эталонной пробе, включающей в себя чистые ферромагнетики с известными точками Кюри, отдельно для каждой скорости нагрева. Точность измерения температуры составляет $\pm 5^\circ$.

В установке использован для создания неоднородного магнитного поля электромагнит УЭМ-1Т. При конических полюсных наконечниках предельное значение напряженности магнитного поля в объеме образца составляет 1500 эрстед. Для питания магнита использованы простой стабилизатор и электронный регулятор напряжения (рис. 30).

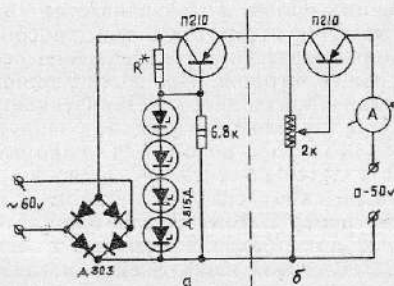


Рис. 30. Стабилизированный источник питания электромагнита.
а — параметрический стабилизатор постоянного напряжения; б — регулятор напряжения.



Рис. 31. Контейнер с пробой.
1 — коромысло весов; 2 — фарфоровая трубка; 3 — порошкообразная проба.

3,2 мм и длиной 30 мм. Трубка забивается порошком на одну треть и надевается пустым концом на коромысло (рис. 31, 12). Автоматическая регистрация показаний весов осуществляется двухкоординатным самопишущим потенциометром ПДС-021М.

При ДТМА уверенно различаются эффекты, разнесенные по температуре более чем на 10—15°.

При конструировании электронных блоков изготовленных магнитных весов в качестве основы использовались схемы, опубликованные в разные годы журналом „Радио“.

Методика работы с весами.

Факторы, влияющие на показания весов

Процесс выполнения анализа на магнитных весах, конструкция которых описана выше, протекает следующим образом.

После смены пробы устанавливается на место печь и закрываются отверстия в ней, способные привести во время нагрева к возникновению конвекционных воздушных потоков. При выключенной системе компенсации производится механическая установка коромысла в нулевое положение закручиванием нити подвеса. Контроль положения коромысла при этом осуществляется по сигналу следящего устройства с помощью самописца (в нулевом положении сигнал отсутствует). Затем включается система компенсации, ползунок реохорда выходит в положение равновесия. После включения электромагнита изменением выходного напряжения стабилизатора, питающего систему компенсации, выставляется необходимая чувствительность весов. Сервосистема, производя уравнивание, перемещает ползунок реохорда

Весы предназначены для работы с порошкообразными пробами. Контейнером для пробы служит тонкостенная фарфоровая трубка с внутренним диаметром

в новое положение равновесия. Приводится в действие терморегулятор и осуществляется нагрев образца, в процессе которого схема управления весами непрерывно производит компенсацию изменений измеряемой ponderomotorной силы. В зависимости от вида выполняемого анализа (ДТМА или ТМА) самописцем регистрируется сигнал, определяемый скоростью изменения уравнивающей силы (сигнал с фазового детектора УПТ), либо пропорциональный величине этой силы (сигнал, определяемый положением ползунка реохорда). Второй канал самопишущего потенциометра производит температурную развертку показаний весов по ТЭДС измерительной термопары. После достижения образцом температуры 800°С терморегулятор, система компенсации и электромагнит

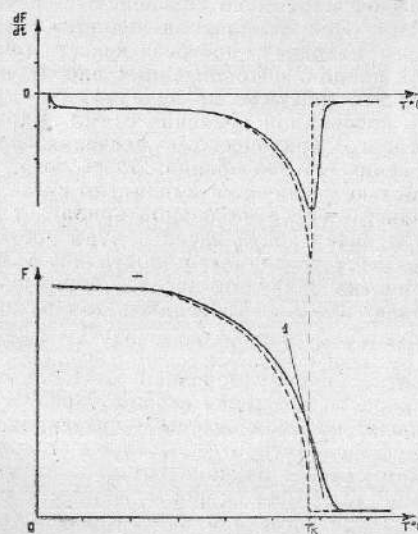


Рис. 32. Идеализированные (пунктир) и реальные (сплошная линия) кривые ДТМА и ТМА.
1 — касательная к кривой в точке перегиба.

отключаются, запись прерывается, либо терморегулятор переключается на режим линейного охлаждения и производится запись кривой охлаждения.

На рис. 32 сопоставлены кривые, отражающие истинные зависимости $I(T)$ и $\frac{dI}{dT}(T)$ с кривыми, полученными с помощью весов. Вносимые весами труднораспознаваемые искажения связаны, в основном, с инерционностью схемы управления (отличием от нуля постоянной времени) и неравномерностью прогрева пробы (существованием заметного градиента температуры внутри пробы). При скорости нагрева $160^\circ/\text{мин.}$ (5-минутный цикл) температурный градиент внутри пробы составляет примерно 20° . Следовательно, максимум кривой ДТМА фактически соответствует магнитному превращению не всего объема пробы, а лишь его большей части, а все регистрируемые эффекты расширены по сравнению с истинными на те же 20° . При увеличении продолжительности анализа неравномерность прогрева падает (рис. 28), а искажений кривой, обусловленных инерционностью схемы, избежать практически невозможно, так как уменьшение постоянной времени схемы управления ниже некоторого критического значения приводит к возникновению автоколебаний. Более того, в ряде случаев с целью увеличения амплитуды сигнала, идущего на запись дифференциальной кривой, т. е. увеличения чувствительности весов в этом режиме работы, приходится увеличивать постоянную времени путем увеличения редукции числа оборотов реверсивного двигателя. В дифференциальном режиме записи измеремой величиной является $\frac{dI}{dT}$, фактически

регистрируется пропорциональное этой величине значение скорости вращения сервомотора. Чем больше постоянная времени схемы управления, тем с большим запозданием протекает процесс уравнивания, тем сильнее отклоняется коромысло и, соответственно, тем выше скорость вращения сервомотора и амплитуда регистрируемого сигнала.

Возможность увеличения чувствительности канала измерения весов повышением чувствительности канала записи ограничивается уровнем шумов, сопровож-

дающих запись дифференциальных кривых и обусловленных вибрациями чувствительной системы, сетевыми наводками, вариациями скорости вращения мотора на уровне пускового момента (при увеличении вращающего момента на валу двигателя до значения пускового ротор проворачивается больше, чем это необходимо и т. д. Кривая осложняется небольшим

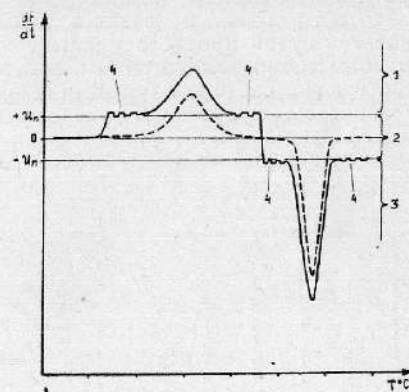


Рис. 33. Искажения кривой ДТМА, обусловленные существованием пускового момента сервомотора.

1, 3 — участки термомагнитограммы, соответствующие работающей системе компенсации; 2 — область, соответствующая бездействующей системе компенсации (увеличено); 4 — искажения, обусловленные вариациями скорости вращения сервомотора (увеличено). $-U_n$, $+U_n$ — величины выходного сигнала канала измерения $\frac{dI}{dT}$, соответствующие величине пускового момента сервомотора. Сплошной линией показана реальная кривая ДТМА, пунктиром — исправленная.

уступом (рис. 33, а)). Поэтому чувствительность канала регистрации выбирается исходя из условия соответствия уровня шумов точности регистрации и меняется редко.

Существование значительного пускового момента реверсивного двигателя заметным образом искажает запись дифференциальной кривой в области малых

значений $\frac{dI}{dt}$. При изменении намагниченности пробы коромысло свободно перемещается до тех пор, пока выходное напряжение УПТ сервосистемы не достигнет значения, соответствующего пусковому моменту. И только тогда начинает работать система компенсации. В результате каждая термомагнитограмма разбивается на области, записанные при действующей или бездействующей системе компенсации. Но эти области четко выделяются, поправки в наблюдаемую кривую вносятся путем простого уменьшения до нуля ширины зоны термомагнитограммы, соответствующей бездействующей системе компенсации (рис. 33, б) (подобным образом исправлены все приведенные кривые ДТМА).

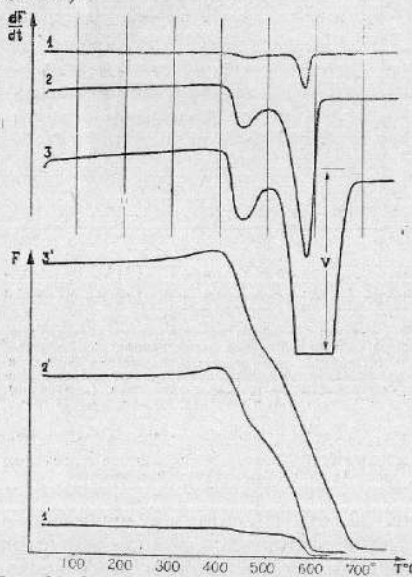


Рис. 34. Зависимость вида кривых ДТМА и ТМА от величины раствора реохорда. 1, 1' — заниженная величина раствора; 2, 2' — раствор, близкий к оптимальному; 3, 3' — завышенная величина раствора; V — предельная величина выходного напряжения УПТ сервосистемы.

Диапазон измеряемых значений $\frac{dI}{dt}$, который рассчитывается как отношение максимального числа оборотов сервомотора к минимальному, составляет примерно 10^2 .

Важным моментом при выполнении анализа является выбор оптимального раствора реохорда (величины перемещения ползунка в процессе уравнивания). Регулировка этой величины производится изменением напряжения источника тока компенсации. Оптимальным является раствор, позволяющий использовать большую часть диапазона измерения $\frac{dI}{dt}$.

При завышенных растворах скорость изменения намагниченности превышает предельную скорость изменения уравнивающей силы, в результате искажаются как дифференциальная, так и интегральная кривые. При чрезмерно малых перемещениях ползунка падает до уровня помех амплитуда слабых эффектов и резко снижается точность интегральной записи (рис. 34).

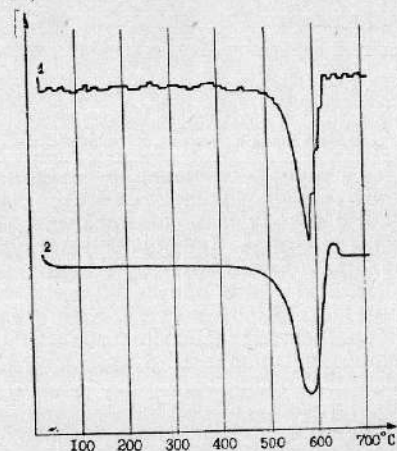


Рис. 35. Кривые ДТМА, зарегистрированные при заниженной (1) и завышенной (2) степенях демпфирования.

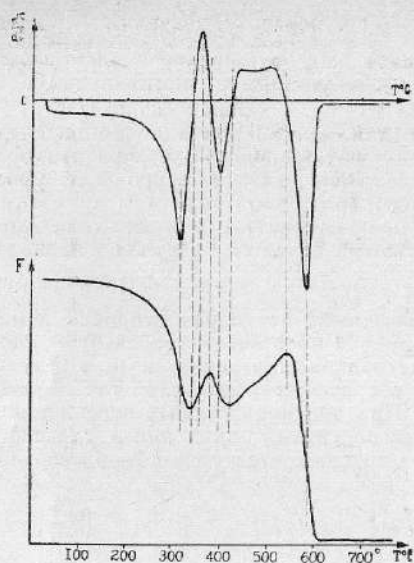


Рис. 36. Кривые ДТМА и ТМА пирита (повторный нагрев).
Пунктиром показано соотношение эффектов дифференциальной и интегральной кривых.

Поскольку скорость изменения намагниченности в процессе нагревания пробы колеблется для различных образцов в весьма широких пределах, оптимальный раствор реохорда (оптимальную чувствительность весов) приходится подбирать опытным путем практически для каждого образца.

Искажения записи возникают также в случае неверного выбора режима демпфирования. В результате недодемпфирования коромысло весов оказывается чувствительным к вибрациям, случайным толчкам, сотрясениям и т. д., что в целом заметно повышает уровень шумов, а схема управления оказывается склонной к автоколебаниям. Передемпфирование снижает разрешающую способность весов и, кроме того, скорость изменения уравновешивающей силы в

таком случае превышает возможности коромысла по скорости передвижения. Невозможно происходит перекompенсация и, в итоге — проскок коромысла нулевого положения (рис. 35).

На результатах измерения сказывается также нелинейность режима нагревания образца, электростатическое взаимодействие между кварцевыми деталями весов, возникающее при их электризации, и некоторые другие факторы.

Элементы качественной интерпретации кривых ДТМА

На дифференциальной кривой положительные значения $\frac{dI}{dt}$ характеризуют возрастание намагниченности пробы, отрицательные — убывание, горизон-

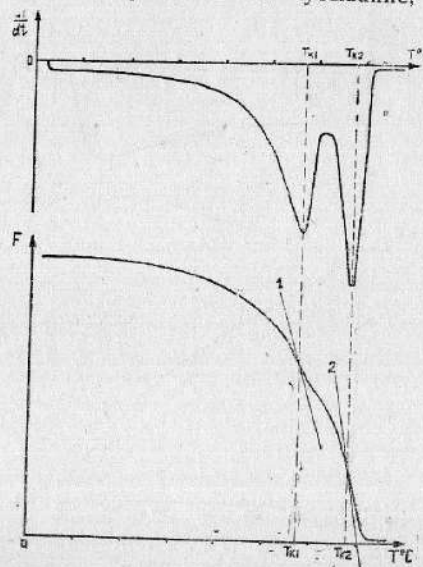


Рис. 37. Кривые ДТМА и ТМА гематита с примесью магнетита.
1, 2 — касательные к кривой в точках перегиба.

тальные участки — изменение намагниченности, происходящее с постоянной скоростью (рис. 36). Температура Кюри исследуемого минерала находится либо по точке перегиба интегральной кривой, либо по максимальному отрицательному значению $\frac{dI}{dt}$ дифференциальной (рис. 32, 37). Резкий уступ, с которого часто начинается запись дифференциальной кривой, является отражением процесса выхода (разгона) сервосистемы на начальную скорость уравнивания, определяемую скоростью спада намагниченности в области температуры, с которой начат нагрев (рис. 38).

Интенсивность пиков $\frac{dI}{dt}$ в большей степени характеризует качественную сторону процесса магнит-

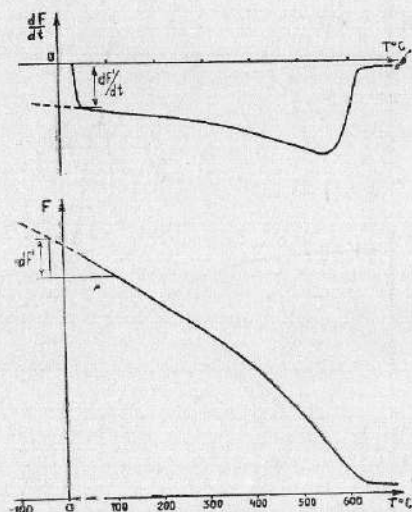


Рис. 38. Кривые ДТМА и ТМА тонкодисперсного магнетита.

$\frac{dF}{dt}$ — значение скорости изменения измеряемой поперечной силы в точке начала опыта.

ного превращения, нежели количество ферромагнетика. Отражением количественного вклада данного минерала в полную величину магнитного момента пробы является площадь пика. По этой причине пренебрежимо малые количества чистого ферромагнетика с совершенной кристаллической структурой дают четкие, узкие, интенсивные пики, в то время как большие количества плохо раскристаллизованного, тонкодисперсного минерала, характеризующегося обилием примесей, замещений и т. д., проявляются на



Рис. 39. Кривые ДТМА первичного (сплошная линия) и повторного (пунктир) нагревания образца гетита. Значительный эндозэффект в районе 500—650°С, вызванный потерей кристаллизационной воды, обусловил появление положительного пика кривой (575°С) и сдвиг эффекта, характеризующего магнитное превращение новообразованного магнетита до точки 650°С термомагнитогаммы. Повторный анализ показывает отсутствие в пробе ферромагнетиков с температурой Кюри выше 600°С.

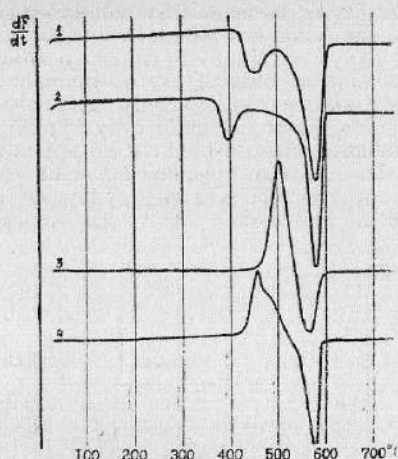


Рис. 40. Кривые ДТМА проб, содержащих магнетит с маггемитом (1, 2) и пирит (3, 4), полученные при скоростях нагревания 160°/мин. (кривые 1, 3) и 52°/мин. (кривые 2, 4).

При снижении скорости нагревания пробы эффекты, характеризующие превращение маггемита в гематит и диссоциацию пирита (новообразование магнетита), сдвигаются в сторону более низких температур.

кривых малоамплитудными, широкими, размазанными эффектами, по которым зачастую невозможно определить температуру Кюри. Множество подобных примеров можно найти во второй части работы.

Иногда некоторые трудности вызывает интерпретация кривых, осложненных процессами перестройки кристаллической решетки минералов пробы или же различными химическими превращениями, происходящими при нагреве (потеря адсорбционной воды, дегидратация, диссоциация, окисление и т. д.). Все эти процессы сопровождаются тепловыми эффектами (выделением или поглощением тепла), искажающими линейность режима нагрева образца. В результате оказываются сдвинутыми (иногда очень существенно) пики, характеризующие магнитные превращения. Эндозэффект сдвигает пик в область высоких температур,

экзоэффект — в область низких температур (имеются в виду не истинные температуры пробы, а регистрируемые).

Газовые выделения исследуемого вещества (например, пары воды) способны своей отдачей раскачать коромысло или даже выбросить пробу из контейнера.

Подавляющее большинство этих процессов необратимо, и их влияние легко отсеивается сопоставлением кривых первичного и повторного анализов одной и той же пробы (рис. 39). Максимальная скорость развития химических превращений ложится на разные температуры в зависимости от скорости нагрева, точки Кюри не смещаются. Это позволяет получить дополнительную информацию о характере происходящего процесса из сравнения кривых, полученных при разной продолжительности цикла нагрева (рис. 40).

Кроме того, при интерпретации кривых ДТМА (и ТМА) необходимо помнить об искажениях, погрешностях измерения, связанных с инерционностью аппаратуры и неравномерностью прогрева пробы, о которых уже говорилось выше. Эти искажения заключаются в завышении по сравнению с истинной ширины регистрируемых пиков $\frac{dT}{dt}$, занижении их амплитуды, а также в сглаживании интегральной кривой (рис. 32).

НЕКОТОРЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ТЕРМОМАГНИТНОГО АНАЛИЗА

Глава IV

ТЕРМОМАГНИТНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ЖЕЛЕЗИСТЫХ МИНЕРАЛОВ

В природе существует широкий круг минералов, магнитные свойства которых претерпевают значительные изменения при температурных воздействиях. Все эти минералы или характеризуются проявлением в той или иной форме выраженного ферромагнетизма, или же тем, что на каком-то этапе их нагревания происходит новообразование ферромагнитных минеральных соединений. Круг этих минералов объединяется в большинстве своем присутствием в их строении ионов двух- или трехвалентного железа. Это — окислы, карбонаты, сульфаты, силикаты и т. д. Перечень минералов можно было бы пополнить серией искусственных магнитных материалов — различного назначения сталями, техническим железом, сплавами и ферритами, но в настоящей работе рассматриваются лишь естественные минеральные соединения, широко распространенные в природе.

Общий характер температурных магнитных превращений достаточно подробно и всесторонне исследован для многих минералов. Приводимые в списке литературы работы отражают лишь небольшую часть выполненных исследований. Нами обзор ферромагнитных минералов составлен не просто для повторения давно известных данных. В большинстве публикуемых работ термоманитные эксперименты

осуществлялись поэтапно, когда время контакта пробы с воздухом было весьма длительным и окисление пробы интенсивным. Наши термоманитные исследования экспрессны во времени, осуществляются со скоростью 50—150°/мин. Естественно, что в данном случае окислительные процессы в значительной степени подавлены и ход температурных минералогических преобразований может оказаться иным. Поэтому целью настоящей работы является прежде всего идентификация общезвестных особенностей кристаллических и магнитных превращений минералов с эффектами, проявляющимися в ходе непрерывного скоростного термоманитного анализа. Следовало получить серию опорных интегральных термоманитограмм и детализирующих их дифференциальных для наиболее широко распространенных разновидностей железистых минералов и содержащих их горных пород.

Из минералов, обладающих свойствами ферромагнетика, наиболее широким распространением пользуются окислы железа — магнетит, маггемит, гематит, различные гидроокислы, а также твердые растворы этих окислов с ульвошпинелью (титаномагнетит), ильменитом (гемоильменит), окислами алюминия и магния. Значительно уступает окислам по распространению в породах пирротин, и уж совсем крайне редко встречается самородное железо.

Далеко безразлично для осуществления палеомагнитного анализа присутствие в породах других железистых минералов, являющихся парамагнетиками или антиферромагнетиками. Сами по себе они не вносят существенного вклада в магнитные свойства породы, но часто в процессе вторичных динамических, термических или химических превращений могут дать начало образованию новых ферромагнитных минеральных соединений. Диссоциация таких минералов при нагревании на воздухе приводит к формированию или магнетита, или маггемита, гематита, пирротина. Эти новообразования резко проявляются на термоманитограммах всплеском намагниченности в определенном температурном интервале и последующей фиксацией точки Кюри нового минерала. Из таких минералов наибольшим распространением пользуются пирит и сидерит, значительно реже — лепидокрокит.

Магнетит

Магнетит встречается среди геологических образований самых различных генетических типов. Крупные скопления его обычно связаны с высокотемпературными образованиями в ассоциации с титановыми минералами, пирротинном и оливином. Хорошо образованные кристаллы магнетита встречаются в гидротермальных жилах в сростках с гематитом, касситеритом, рутилом и сульфидами. Зерна магнетита составляют основную часть тяжелой фракции терригенных осадочных пород, присутствие их нередко устанавливается визуально в виде прослоек черного шлиха по слоистости песчаников. Реже магнетит присутствует в осадочных породах в качестве аутигенного новообразования.

Магнетит обладает кристаллической структурой типа шпинели, является типичным ферримagnetиком, сильно магнитен. Присутствие этого минерала в горных породах даже в ничтожных количествах, неуловимых для многих методов диагностики, почти полностью определяет магнитное поведение породы. Часто магнетит является носителем первичной остаточной намагниченности пород, служащей объектом палеомагнитных исследований.

Магнитные свойства магнетита исследованы разносторонне и полно, особенно их температурная зависимость. Точка Кюри химически чистого магнетита составляет 578°C . Данный минерал служил нам в качестве эталона при градуировке весов.

Чистый магнетит в полном объеме прободержателя ($\sim 40\text{ мм}^3$) анализировать невозможно из-за его крайне высокой магнитности. Нами использовались смеси магнетита с заранее прожженным порошком каолинита в соотношении 1:50 или 1:100. На рис. 41 представлена термомагнитная зависимость, полученная для мелкокристаллического синтетического магнетита в интегральной и дифференциальной формах записи. Выявляется высокая устойчивость намагниченности пробы вплоть до температур $400\text{--}500^{\circ}\text{C}$. Далее следует резкий спад намагниченности, ускоряющийся по мере приближения к точке Кюри и достигающий максимума при температуре около 580°C .

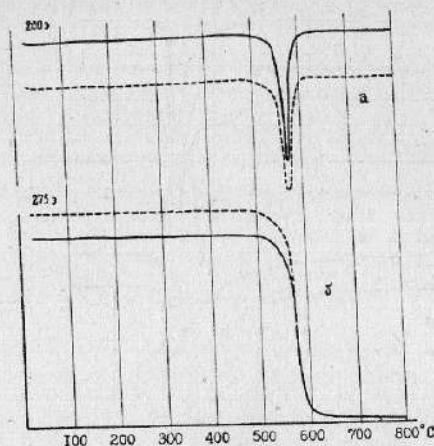


Рис. 41. Кривые ДТМА (а) и ТМА (б) мелкокристаллического порошка магнетита, снятые в магнитных полях соответственно 200 и 275 э.

Вслед за прохождением точки Кюри намагниченность минерала падает, скорость ее падения быстро приближается к величине, близкой к нулевой, с минимальным уровнем намагниченности, соответствующей парамагнитному фону. Охлаждение пробы и повторное нагревание показывают, что в магнитном отношении минерал практически не изменился.

Термомагнитные диаграммы, приведенные на рис. 42, демонстрируют характер прохождения точки Кюри отдельными магнетитсодержащими породами. Видно, что обратный фронт пика для всех проб одинаково крутой. Различия имеются в своеобразии потерь намагниченности до точки Кюри. В одних случаях пики четкие, узкие, резкие, в других — спад намагниченности начинается с нагревом пробы. Связано это различие со структурными особенностями минерала. Четкие, хорошо выраженные точки Кюри наблюдаются обычно для маловыветренных, свежих пород

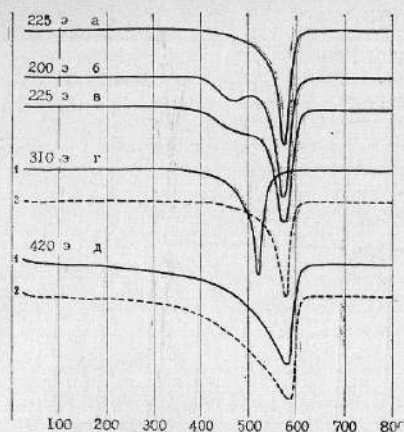


Рис. 42. Кривые ДТМА магнетитосодержащих пород.

а—гранит (Приполярный Урал); б—магнетитосодержащий шлик; в—песчаник (нижний триас, р.Вятка); г—базальт (р. Силовояха); д—серый суглинок (неоген, Заволяжье).

с относительно крупными зернами магнетита. Наоборот, тонкая структура минерала и его выветривание находят отражение в потере намагниченности в широком температурном диапазоне. Наличие примесей в кристаллической структуре магнетита обычно приводит к заметному занижению температуры Кюри. При выветривании магнетит нередко сопровождается маггемитом, и видимый спад намагниченности, необратимый при повторных нагревах, в области температур 400—500°C обязан присутствию именно этого вторичного ферромагнетика.

Подавляющее большинство изверженных пород, исключая разве молодые образования, содержат обычно магнетит в чистом виде, и их термомагнитные зависимости почти полностью определяются присутствием этого минерала. На рис. 43 приведена серия дифференциальных термомагнитных диаграмм гранитоидных пород отдельных интрузивных массивов Среднего

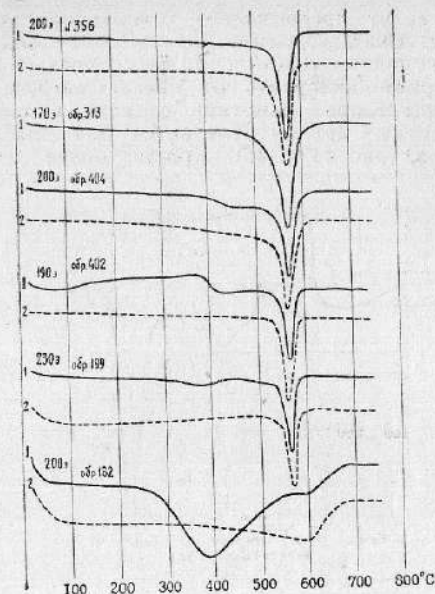


Рис. 43. Кривые ДТМА гранитоидных пород некоторых интрузивных массивов (Урал)

Обр. 356—лейкоокрашенный гранит (Ахуново-Коратайский массив); обр. 313—пегматоидный гранит (Уйский Бор); обр. 404—диорит (Косельский массив); обр. 402—плагногранит (Косельский массив); обр. 199—биотитовый гранит (Уйский Бор); обр. 182—лейкоокрашенный гранит (Уйский Бор).

Урала, любезно представленных нам Н. Ф. Данукаловым. Точки Кюри отмечаются резко и четко, намагниченность относительно устойчивая, почти до 500°C, маггемит достаточно редок. Значительный спад намагниченности, обусловленный переходом маггемит→гематит, отмечается лишь для образца № 182 лейкоокрашенного гранита, несущего на себе заметные следы гипергенных изменений. Повторная кривая документирует

лишь магнетит чрезвычайно тонкокристаллической структуры. Спад намагниченности этого магнетита происходит почти с одной и той же скоростью во всем температурном интервале от начала нагрева и до температуры Кюри. Заметное отличие в характере термомагнитных кривых отмечается для диабазовых порфиритов (рис. 44 и 45). Кривые более сложные

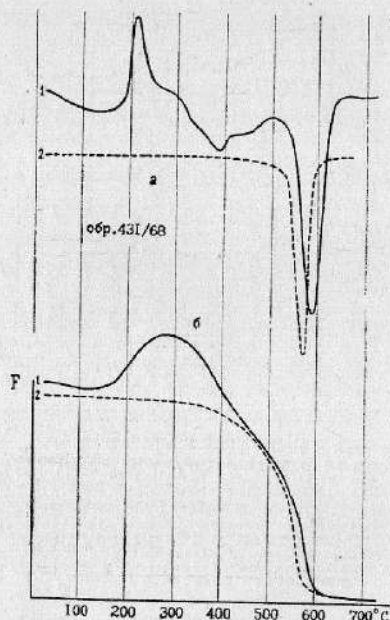


Рис. 44. Кривые ДТМА (а) и ТМА (б) миксалекаменного порфирита (Урал).

и помимо спадов документируют увеличение намагниченности пробы в области температур около 200°C. Характерной их чертой также является видимое смещение точки Кюри в область высоких температур на

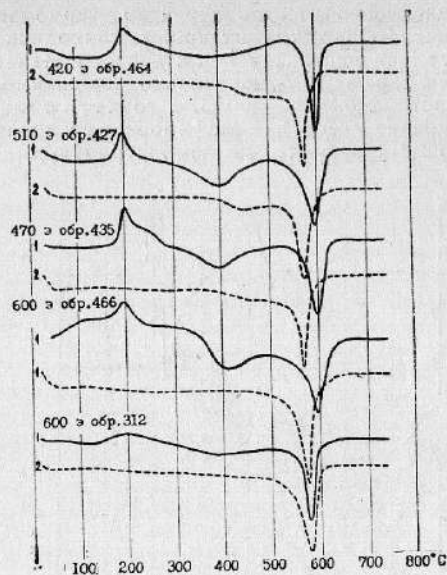


Рис. 45. Кривые ДТМА пород древних лавовых образований Урала.

Обр. 464—диабазовый миксалекаменный порфирит; обр. 427—порфирит; обр. 435—миксалекаменный порфирит; обр. 466—порфирит; обр. 312—магнетитсодержащий гранит.

10—20°. Повторные термомагнитограммы показывают, что оба эти эффекта необратимы и кривая принимает обычный магнетитовый тип. По-видимому, в данных породах имеет место разложение каких-то железосодержащих минералов, сопровождающееся новообразованием магнетита.

Анализируя многочисленные образцы железных руд, разнообразных пород, а в некоторых случаях тех или иных вроде бы чистых минералов, часто устанавливается присутствие в них магнетита по характерной для него температуре Кюри.

Весьма своеобразный характер терромагнитной зависимости обнаруживают пробы тонкодисперсного магнетита. Существенную часть своей намагниченности они теряют в относительно низкотемпературной области 200—300—400°C, а точка Кюри их выражена крайне слабо или же вообще не проявляется на кривой. На рисунке 46 демонстрируются подоб-

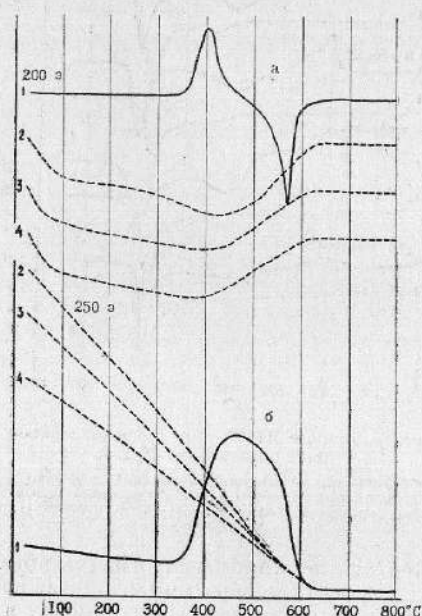


Рис. 46. Кривые ДТМА (а) и ТМА (б) криптокристаллического сидерита (меловые отложения, Самарская Лука)

Номерами в начале кривой указана последовательность нагрева одной и той же пробы.

ные терромагнитные (интегральные и дифференциальные) магнетита, полученного при нагревании криптокристаллического сидерита. Новообразован-

ный материал чрезвычайно тонкодисперсный, сильномагнитный, температурная зависимость его намагниченности почти линейная. Максимум потерь намагниченности в данном случае приходится на область около 450°C. С каждым новым прогревом по мере окисления магнетита этот максимум заметно смещается в сторону низких температур.

Известно, что в ультрамалых частицах ферромагнитного вещества существенное значение приобретают тепловые флуктуации, которые способны практически полностью ликвидировать магнитный гистерезис [31, 43, 45, 61, 72]. Вещество при этом, оставаясь ферромагнетиком, во многом становится схожим с парамагнетиками. В этом состоянии, получившем наименование суперпарамагнитное, находятся частицы, блокирующие температуры которых ниже или равны температуре пробы. В ходе нагревания имеет место процесс постепенного перехода в суперпарамагнитное состояние всех частиц, блокирующие температуры которых ниже температуры Кюри. Дифференциальная терромагнитная кривая в данном случае отражает спектральный состав частиц, распределенных по блокирующим температурам. В зависимости от характера гранулометрии тонких частиц максимум скорости спада намагниченности может располагаться не у точки Кюри, а в любом участке более низкой температуры. Теряя эффекты, отражающие проявление характерной для каждого конкретного минерала точки Кюри, терромагнитная кривая утрачивает почти полностью видовую диагностичность. Одинаковый характер терромагнитных кривых могут обнаружить самые различные ферромагнитные вещества, если все они соответствуют друг другу по спектру блокирующих температур. Утрачивая элементы диагностичности, терромагнитная кривая отнюдь не становится менее ценной. Сведения о структурном состоянии ферромагнитного вещества являются крайне необходимыми для палеомагнитного анализа, для разделения остаточной намагниченности по времени ее становления.

Практика терромагнитных исследований показывает, что большинство пород, используемых для палеомагнитных реконструкций, находятся в магнит-

ном состоянии, близком к вышеописанному, когда временные и температурные воздействия значительно сказываются на остаточной намагниченности, и термомагнитограммы эффективно могут быть использованы для ее анализа. При этом в создании остаточной намагниченности участвует далеко не весь ферромагнитный материал. Большая часть его находится в состоянии суперпарамагнетизма и может быть частично обнаружена при охлаждении пробы в присутствии земного магнитного поля до температуры жидкого азота. Намагниченность холодного образца нередко возрастает в 2–10 раз.

Отличительными чертами тонкодисперсного магнетита от других минералов в ходе термомагнитных исследований могут служить прежде всего относительно высокий ферромагнитный фон и относительно малая его устойчивость к нагревам. Максимум спектра постепенно смещается в область малых блокирующих температур, и вместе с тем падает общая намагниченность (рис. 46). Значительно большей устойчивостью характеризуется термомагнитный спектр магнетита, образованного при распаде титаномagnetитов (рис. 47) или магнезиальных сидеритов (рис. 48).

Титаномagnetиты

В изверженных горных породах широким распространением пользуются твердые растворы магнетита и ульвошпинели, получившие наименование титаномagnetитов. Как показывают многочисленные исследования [11, 21, 46, 52, 59, 61], эти два минерала, обладая схожей кристаллической структурой, могут образовывать твердые растворы с кристаллической решеткой, постоянная которой лежит между постоянными решетки чистого магнетита ($a = 8,36 \text{ \AA}$) и ульвошпинели ($a = 8,54 \text{ \AA}$). Существенные изменения при этом претерпевают магнитные свойства вещества (рис. 49). Точка Кюри изменяется почти линейно в зависимости от компонентного состава в диапазоне температур от $+578^\circ\text{C}$ до -170°C . Почти линей-

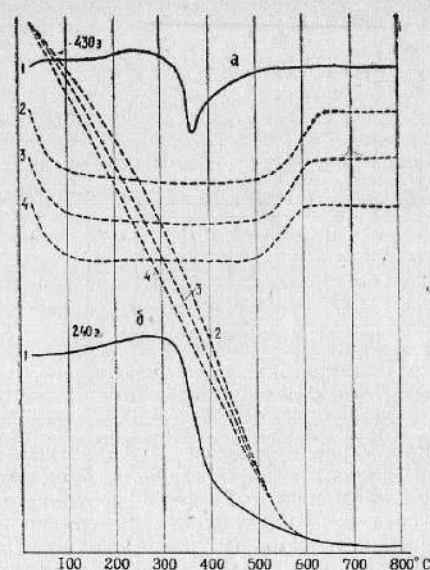


Рис. 47. Кривые ДТМА (а) и ТМА (б) образца палеобазальта (нижний триас, Печорский бассейн).

но падает при этом начальная восприимчивость вещества и намагниченность насыщения.

В ходе термомагнитных исследований титаномagnetитов выявляются характерные для них температуры Кюри, а также не менее характерный распад раствора с образованием новой более устойчивой фазы с более высокой температурой Кюри и повышенной намагниченностью (рис. 50). Прерывая процесс нагревания пробы сразу же после прохождения точки Кюри, при повторных исследованиях обычно можно видеть сохранение этой константы. Дальнейшее нагревание разрушает прежнюю минеральную фазу и дает начало образованию новой, более близкой к магнетиту. Вместе с тем, в балансе намагни-

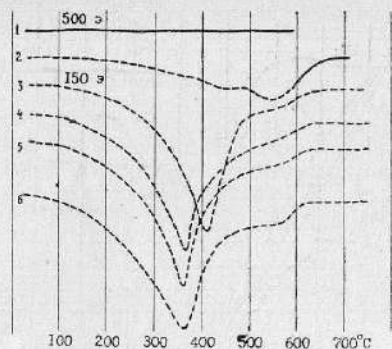


Рис. 48. Кривые ДТМА образца магнетитового сидерита (верхняя пермь, Средняя Печора).

ченности пробы увеличивается роль части с промежуточными точками Кюри (вернее, блокирующими температурами). В ряде случаев в результате серии прогревов спектр блокирующих температур распространяется на весь температурный интервал (рис. 51).

Установлено, что состав титаномагнетита изверженной породы зависит в значительной степени от термодинамических условий образования магмы [1, 11, 59], и поэтому выявляемые точки Кюри могут быть использованы для генетических реконструкций (рис. 49 б).

В окислительных условиях титаномагнетиты неустойчивы, и преобладающая в них минеральная фаза чаще является вторичной. Искаженными в этих случаях обычно представляются и данные химических анализов, занижающих, как правило, содержание ульвошпинели. Существенную помощь в реконструкции первичного состава титаномагнетита могут оказать термомангнитные исследования породы. Реликты титаномагнетита на фоне общей высокой намагниченности, если они даже и сохранились, проявляются на термомагнитограммах в виде очень слабых эффектов спада намагниченности. Конструкция термомангнитной установки позволяет осуществить регистрацию с мак-

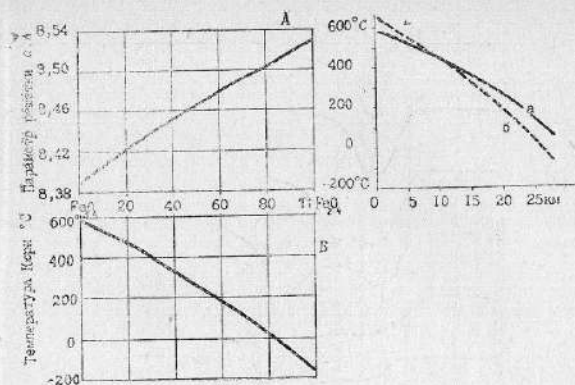


Рис. 49. Зависимость постоянной решетки (а), температуры Кюри (б) от химического состава серии твердого раствора магнетита и ульвошпинели (по Т. Нагата). в — зависимость температуры Кюри титаномагнетита от глубины формирования (по Кава).

симально возможной чувствительностью отдельных температурных участков кривой сильномагнитной пробы. При анализе изверженных пород кристаллического фундамента по образцам керна скважины № 20000 в ряде случаев удалось зафиксировать наличие следов пирротина с точкой Кюри 320°С в образце № 1915 (рис. 52) и маггемита в образце № 1829 (рис. 53).

Палеомагнитная лаборатория Казанского университета занимается исследованием осадочных образований, и поэтому титаномагнетитовые породы изучались нами по коллекциям образцов, представленных А. М. Глевасской, В. В. Кочегурой, Н. А. Шурковым, Б. С. Ситдиковым и др. В целом по всем коллекциям образцов можно заключить, что титаномагнетиты в породах образуют не какую-то единую фиксированную точку Кюри, а целый спектр их. В одних случаях спектр этот довольно узкий и

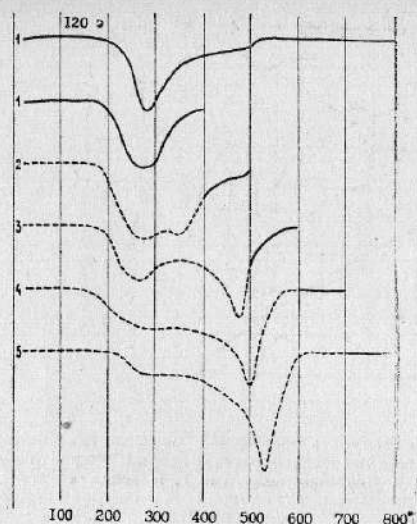


Рис. 50. Серия кривых ДТМА, полученных при поэтапном анализе образца базальта (Кавказ).

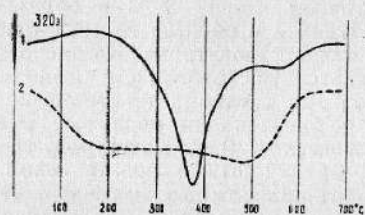


Рис. 51. Распад титаномагнетита из образца вулканического туфа (Армения).

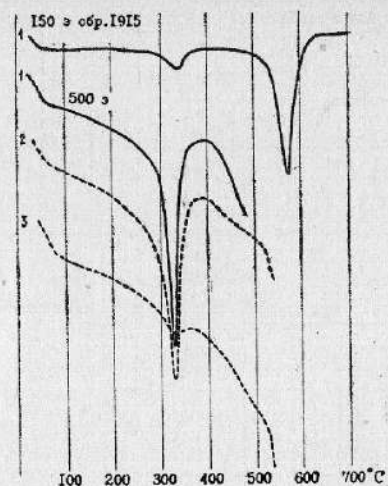


Рис. 52. Пирротин и магнетит в образце породы из кристаллического фундамента Татарии.

Кривые ДТМА (1—2—3) сняты при увеличенной чувствительности прибора.

укладывается в интервале температур не более 50°C . в других—оказывается расширенным до $100—150^{\circ}\text{C}$ (рис. 54). Поэтому температура Кюри титаномагнетитов отмечается на диаграммах расширенным овальным пиком, весьма схожим со спадом намагниченности распадающегося маггемита. Титаномагнетитовые породы обычно имеют высокую магнитную восприимчивость, и исследование их на магнитных весах проводится в полях, составляющих всего несколько десятков эрстед. В этих условиях точка Кюри на кривой предшествует весьма существенный подъем намагниченности (рис. 55). Повышая чувствительность системы весов и снижая при этом магнитные поля, удается добиться более чем двукратного увеличения намагниченности титаномагнетита непосредственно

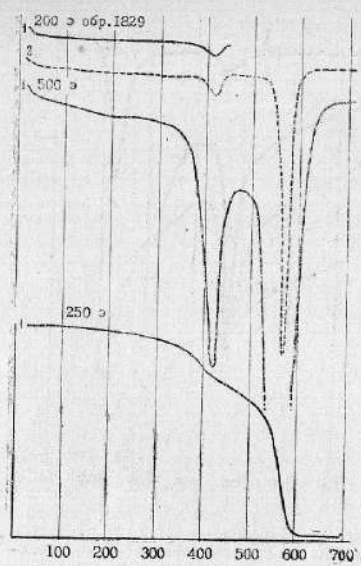


Рис. 53. Эффекты маггемита и магнетита на кривых ДТМА и ТМА образца 1829 (скв. 20000, кристаллический фундамент, Татария).

перед точкой Кюри. Следует также отметить, что в ходе всего этапа нагревания происходит постепенный распад титаномагнетита, и этот распад, несомненно, в той или иной степени сказывается на характере термомагнитограмм. Так, к примеру, одна из проб нижнетриасового базальта (рис. 56) одновременно с прохождением точки Кюри претерпевает довольно резкий переход в новую минеральную фазу с более высокой температурой Кюри и более сильной намагниченностью. Документируется увеличение намагниченности пробы и затем спад, связанный с прохождением точки Кюри новообразования. Далее происходит очередной распад и формирование еще более

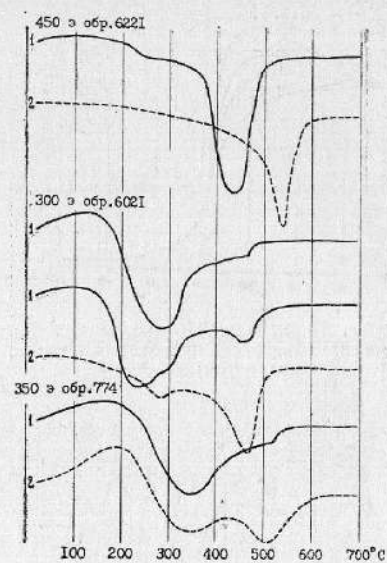


Рис. 54. Характер проявления точки Кюри различных титаномагнетитовых пород.

6221—андезито-базальт (плиоцен, Хр. Оаш);
6021—андезито-базальт (плиоцен, Черная Гора);
774—липарито-дацит (Закарпатье).

магнитной фазы с точкой Кюри, близкой к магнетиту. Это, возможно, уникальный случай, но в целом отражающий общую направленность распада титаномагнетита.

С целью проверки точности наших диагностик титаномагнетитов было проведено исследование ряда разнообразных титаномагнетитовых пород из коллекций Н. П. Михайловой и А. М. Глевасской. Это андезитобазальты Малого Кавказа, Закарпатья и драгированные базальты Атлантики. Данная коллекция образцов прошла в свое время термомагнитную сепарацию, и, естественно, было весьма интересно сверить результаты двух различных термомагнитных

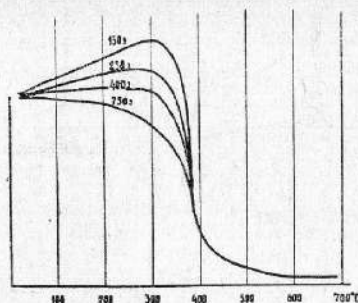


Рис. 55. Кривые ДТМА титаномagnetита (Камчатка), полученные в различных магнитных полях.

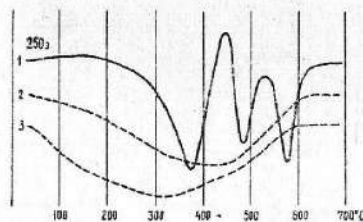


Рис. 56. Кривые ДТМА образца базальта.

Последовательно на кривой 1 фиксируется каждая фаза раствора и новообразование новой фазы.

аналитических методик. На рисунках 57 и 58 приведены результаты исследования восьми образцов. Как можно видеть, максимум сепарата в большинстве случаев хорошо отвечает максимуму скорости спада намагниченности, задокументированному в ходе дифференциального термомагнитного анализа. Следует отметить, что узкий спектр термосепарации обычно отвечает устойчивой при нагревании титаномagnetитовой фазе (обр. 28 Г, 6221) и, наоборот, расширен-

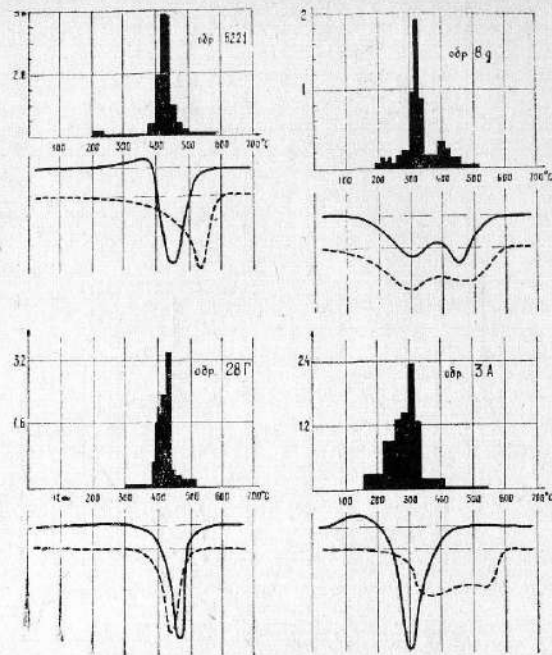


Рис. 57. Сопоставление результатов термомагнитной сепарации пород и метода ДТМА.

Обр. 3А—долерит (М. Кавказ); обр. 28Г—шлаковая лава (М. Кавказ); обр. 6221—андезито-базальт (Закарпатье); обр. 8д—долерит (М. Кавказ).

ный спектр отмечается для титаномagnetитовых образцов, малоустойчивых при нагревах.

Таким образом, можно заключить, что если эффекты распада титаномagnetита сказываются на характере термомагнитных кривых при высоких скоростях нагрева, применяемых при дифференциальном исследовании, то по-прежнему эти эффекты должны сказаться в случае более медленных или поэтапных термомагнитных исследований.

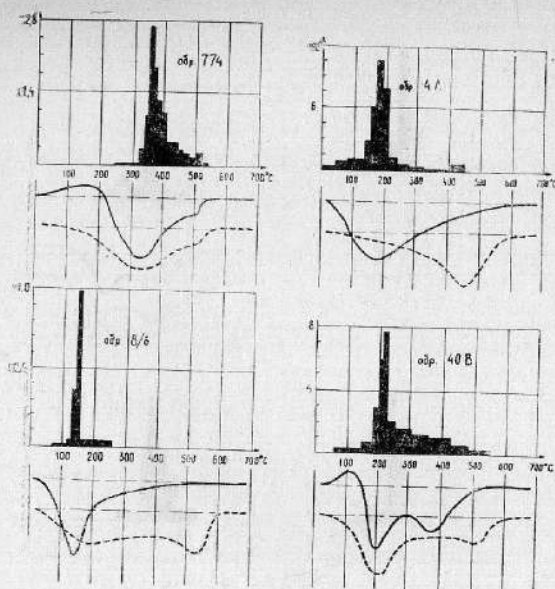


Рис. 58. Сопоставление результатов термомангнитной сепарации и метода ДТМА.

Обр. 774 — липарито-андезит (Закарпатье); обр. 4А — долерито-базальт (М. Кавказ); обр. 8/6 — базальт (Атлантика); обр. 408 — андезито-базальт (М. Кавказ).

Титаномагнетиты в окислительной среде нередко замещаются титаномаггемитами (твердый раствор ульвошпинели и маггемита) или гемонильменитами (твердый раствор гематита и ильменита). К сожалению, мы не располагали образцами, содержащими эти минералы, и термомангнитных данных по ним у нас не имеется.

Маггемит

По сравнению с другими оксидами железа маггемит менее распространен в природе. Ассоциирует он обычно с магнетитом, гематитом и лепидокрокитом.

Маггемит сильно магнитен, и уже небольшое его количественное содержание в породах находит четкое отражение на термомангнитограммах этих пород. Это типичный минерал гипергенной зоны, и присутствие его чаще всего обязано окислению магнетита или обезвоживанию лепидокрокита. Для пород, формирование которых происходит в условиях окислительной среды, маггемит может оказаться носителем остаточной намагниченности, синхронной формированию породы.

Характерной чертой маггемита при нагревании является его необратимый переход в гематит. В литературе [47, 64, 61] имеются указания на разложение маггемита при 300, 400, 500°C. Такой широкий диапазон температур объясняется в основном длительностью экспериментов. На кривой дифференциального термомангнитного анализа эффект распада проявляется почти аналогично прохождению точки Кюри (рис. 59), но пик спада намагниченности здесь

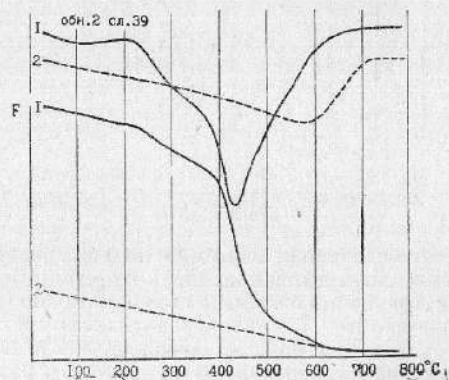


Рис. 59. Кривые ДТМА и ТМА коричневой глины (нижний триас, р. Ветлуга).

заметно шире в основании, и форма его чаще клиновидная. При снижении скорости нагрева начало и максимум спада намагниченности смещаются в область более низких температур (рис. 40).

В чистом виде маггемит крайне редок, но легко получается при прогреве лепидокрокита до 350—400°C (рис. 60). Как и любой другой ферромагнетик, в сла-

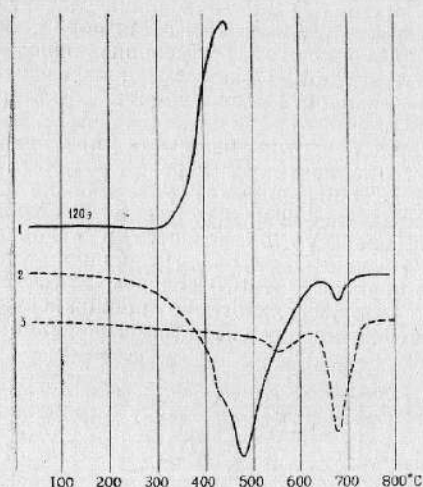


Рис. 60. Маггемит (2), образованный при диссоциации лепидокрокита (1) (из коллекции геологического музея КГУ).

бых магнитных полях маггемит обнаруживает заметный подъем намагниченности, который быстро прерывается распадом самого минерала и потерей его намагниченности. Температура максимума распада укладывается обычно в интервал 400—520°C, причем более низкие температуры (400—480°C) разложения характерны для маггемита, полученного из лепидокрокита, и более высокие (480—520°C) — для маггемита, ассоциирующего с магнетитом (рис. 61).

Маггемит весьма трудно поддается диагностике под микроскопом и при рентгенооскопии; характер термомагнитных превращений, пожалуй, в настоящее время является наиболее надежным способом его

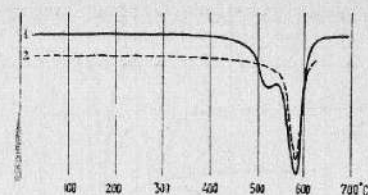


Рис. 61. Кривая ДТМА магнетита с маггемитом.

диагностики. Новообразованием является гематит — α модификация, сильно уступающая по магнитности маггемиту.

Гематит

Гематит является наиболее широко распространенным железистым минералом. Эта минеральная форма высокоустойчива в зоне гипергенеза, где образует иногда промышленные скопления. Встречается среди геологических образований самого различного генезиса.

Гематит устойчив к температурным воздействиям и является конечной минеральной формой температурного окисления большинства железистых минералов. Является антиферромагнетиком, а проявление относительно слабых ферромагнитных свойств носит своего рода паразитический характер. На рисунке 62 представлен целый ряд кривых ДТМА, снятых с разнообразных гематитовых образцов. Всегда отмечается высокая устойчивость намагниченности вплоть до температуры 600°C и резкое, интенсивное проявление точки Кюри в виде узкого, симметричного, большой амплитуды пика с максимумом около 675°C. Небольшие примеси в гематите ионов титана, алюминия, марганца нередко смещают температуру Кюри вниз по температурной шкале до 640—600°C. Таков, к примеру, в большинстве случаев гематит, содержащийся в бокситах (рис. 63).

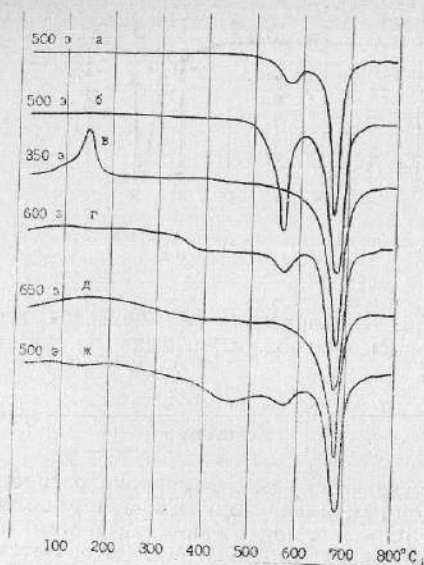


Рис. 62. Кривые ДТМА различных образцов гематита.

а—пластинчатый гематит; б—агрегат темно-серого гематита; в—гематитовая «сметана»; г—гематитовая слюда; д—красная гематитовая руда; ж—кристаллы гематита.

Некоторые кристаллические разновидности гематита, особенно слюдистые, выявляют заметный подъем намагниченности с самого начала прогрева (от комнатных температур, рис. 64). Увеличение намагниченности продолжается почти до 250°C с максимумом в области 160°C. В ходе повторных нагревов описываемый эффект полностью повторяется. Мы склонны связывать подобный характер термомагнитограмм с влиянием на намагниченность пробы эффекта Мори-на. Полная потеря ферромагнитного момента гематита происходит в отрицательной области температур (-23°C). Приобретение этого момента при нагревании осуществляется более или менее плавно, а полное

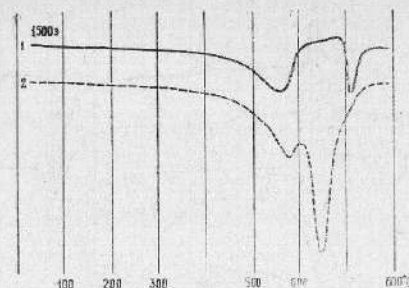


Рис. 63. Кривые ДТМА первого (1) и второго (2) нагревов гематитсодержащего боксита (СУБР-204).

Эндоэффект при первом нагреве смещает видимое положение точки Кюри до 710°C.

завершение этого процесса, по данным Т. Нагата, наступает уже в положительных температурах (рис. 65).

Гематит очень часто ассоциирует с магнетитом, и нередко случаи, когда при исследовании кристалла гематита термомагнитограмма оказывается типично магнетитовой. Наиболее чистыми являются красные землистые разновидности гематита, тогда как хорошо образованные черные и блестящие стально-серые кристаллы его почти постоянно содержат примеси магнетита. На рис. 66 представлена целая серия интегральных термомагнитограмм гематита с примесью магнетита, полученных в относительно слабых магнитных полях. После каждого прогрева охлаждение пробы осуществляется в сильном магнитном поле. В одних случаях проба при повторном исследовании оставалась намагниченной вдоль силовых линий электромагнита (г), в других случаях проба поворачивалась на 180° (б, в, ж), и в ходе нагрева наблюдался целый ряд искусственных обращений намагниченности.

Чистые минеральные фазы гематита образуются при прогревании некоторых образцов бурых железняков, ярозита и сургучных разновидностей алуни-та (рис. 67).

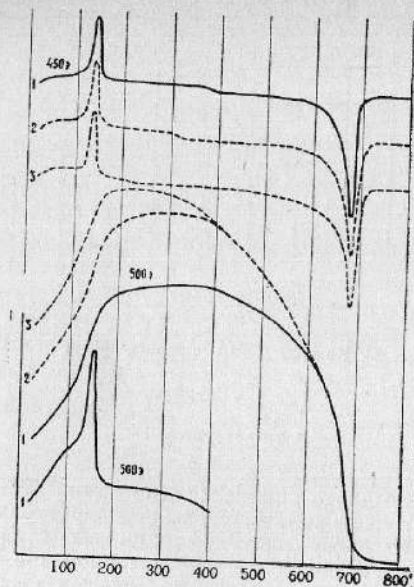


Рис. 64. Кривые ДТМА и ТМА образца тонкошешуйчатого гематита.

В нижней части рисунка кривая ДТМА участка прохождения гематитом точки Морина.

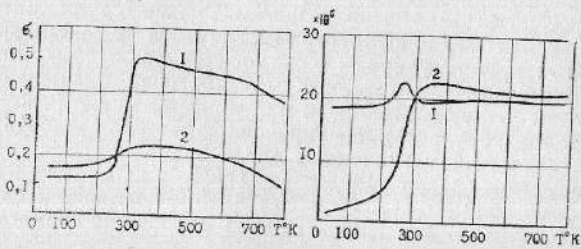


Рис. 65. Намагниченность кристалла гематита.

1— в главной плоскости кристалла; 2— в плоскости, параллельной тригональной оси (по Нселя и Потенэ).

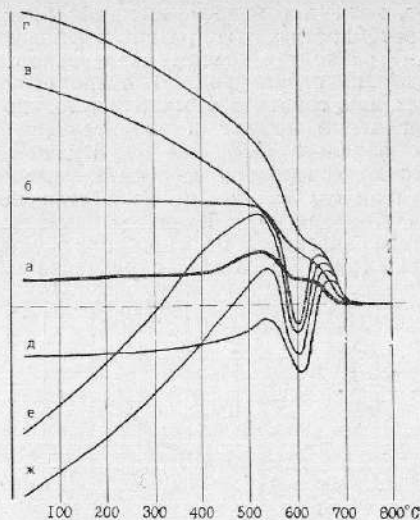


Рис. 66. Кривые ТМА образца породы с магнетитом и гематитом.

а—первичная термомагнитограмма; б—термомагнитическая проба в слабом магнитном поле; в—термомагнитическая проба в магнитном поле 1000 э; г—термомагнитическая проба, повернутая на 180° без включения электромагнита; д—термомагнитическая проба, повернутая на 180° в слабом поле электромагнита.

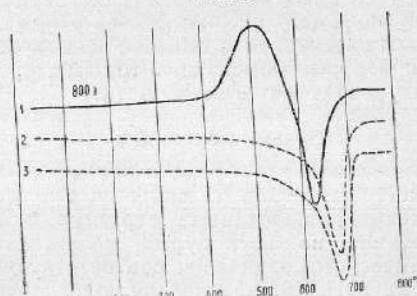


Рис. 67. Кривые ДТМА образца ярозита (из коллекции геологического музея КГУ).

Гематит, хотя и обладает высокой кристаллизационной способностью, чаще развит в виде землистых или плотных разностей красных железняков с тонкокристаллической структурой. В осадочных горных породах частицы гематита обычно настолько малы, что их магнитный момент в значительной степени подвержен влиянию тепловых флуктуаций. Как и в случае тонкодисперсного магнетита, термомагнитограмма в таком случае далеко не всегда позволяет определить температуру Кюри, а выявляет лишь распределение намагниченности пробы по блокирующим температурам (рис. 68). В этих случаях по характеру

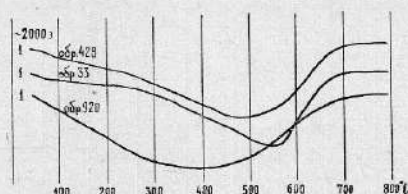


Рис. 68. Кривые ДТМА трех гематитсодержащих образцов красноцветных глин (Среднее Поволжье).

своего проявления на диаграммах магнетит и гематит оказываются весьма схожими. Отличительными чертами гематита являются: во-первых, постепенное смещение спектра в более высокую область температур при каждом последующем нагреве (рис. 69), во-вторых, устойчивость намагниченности и даже ее некоторое увеличение при повторных опытах и, в-третьих, чрезвычайно слабый уровень намагниченности.

Бурые железняки

Под наименованием „бурые железняки“ объединяется группа минералов гелеподобных или неполностью раскристаллизованных структур. Устанавливается наличие во всех бурых железняках лишь одного химического соединения, соответствующего моногидрату FeOOH . Кристаллизация моногидрата обычно происходит в виде двух кристаллических форм—

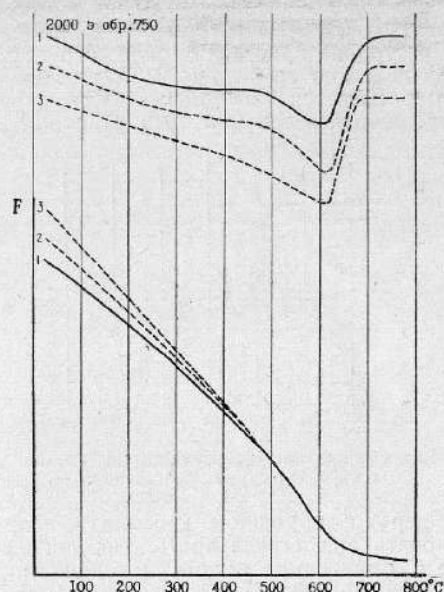


Рис. 69. Термомагнитограммы ДТМА и ТМА гематитсодержащей глины (уфимский ярус, д. Тумутук).

гетита и лепидокрокита. Эти два минерала нередко образуют хорошо откристаллизованные скопления, корочки и налеты на минералах или примесь в горных породах. Гидроокислы железа чрезвычайно широко распространены в гипергенных условиях. Составляют они вместе с гематитом постоянную примесь красноцветных осадочных пород.

Гетит является довольно трудным минералом для термомагнитного исследования. В чистом виде в природе он редок. Даже хорошо раскристаллизованные его разности обычно содержат примеси гематита и соединений с двухвалентным железом. Переменное содержание этих примесей чрезвычайно видоизменяет

характер каждой новой диаграммы по одному и тому же образцу. Близ температуры 400°C имеет место резкая перестройка кристаллической структуры, сопровождающаяся потерей воды. Под действием паров проба выбрасывается из держателя, нарушается устойчивая работа весов (рис. 70). Приходится сме-

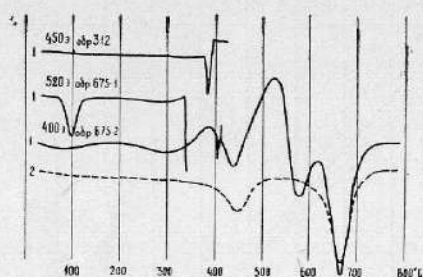


Рис. 70. Влияние реакции потери воды в образцах бурых железняков.

шивать минерал с порошком каолинита и при этом еще заглублять чувствительность, так как эффекты, связанные с примесями, весьма интенсивны. В результате почти полностью теряется информация о самом гетите.

Существование гетита ограничивается температурой около 400°C , и именно этот температурный интервал наиболее важен для исследования. На первых этапах нагрева гетитов в интервале от 50 до 200°C иногда проявляются слабые нарушения, которые можно было бы объяснить и техническими причинами. Но оказывается, что если сразу после этих нарушений формы термомагнитограммы остановить нагрев и остудить пробу в магнитном поле, эффект значительно усиливается. При этом проявляется он в виде узкого пика спада намагниченности, аналогичного точке Кюри ферромагнетиков (рис. 71). Эффект обратимый, если нагрев не достигает температуры диссоциации минерала. Практически всегда исследование приходится вести в относительно высоких магнитных полях, составляющих сотни эрстед, но несмотря на это,

почти постоянно отмечается эффект подъема намагниченности пород перед последующим спадом (рис. 72). Приобретаемая в процессе каждого охлаждения тер-

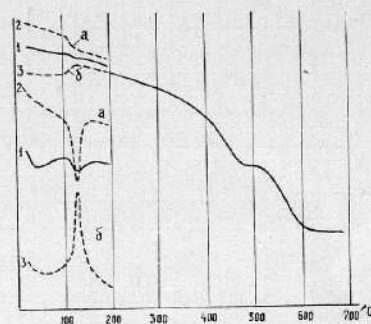


Рис. 71. Кривые ТМА и ДТМА образца гидрогетита.

1—первичная кривая; 2—проба термонамагниченна; 3—проба термонамагниченна и повернута на 180° .

монамагниченность чрезвычайно высокостабильна. Поворот термонамагниченной пробы на 180° обычно полностью сохраняет характер пика, обращенного уже вверх, и точке Кюри соответствует крутой фронт спада намагниченности.

Чтобы получить существенный эффект, связанный с точкой Кюри гетита, пробу предварительно следует насыщать в магнитных полях $20-30$ кэ (рис. 73).

Потеря воды гетитом сопровождается обычно некоторым спадом намагниченности при $380-420^{\circ}\text{C}$. Все последующие эффекты, протекающие в пробе, связаны чаще с примесями. Диссоциируют соединения двухвалентного железа с образованием магнетита. Намагниченность возрастает, затем спадает по мере прохождения точек Кюри магнетита и гематита. Новообразованный гематит, возникший за счет диссоциации гетита, в общем балансе намагниченности пробы играет относительно небольшую роль, так как подавляющая его часть оказывается парамагнитной и

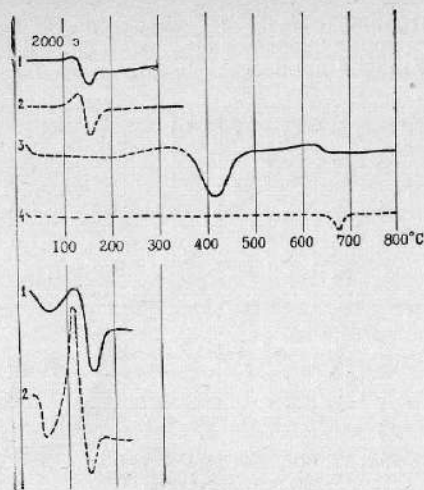


Рис. 72. Кривые ДТМА образца гидрогетита (№ 4).

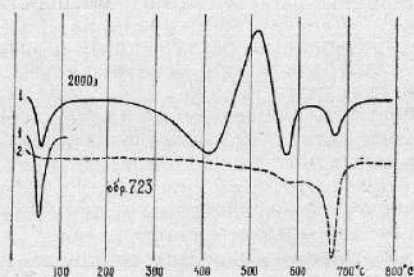


Рис. 73. Кривые ДТМА образца гидрогетита (обр. 723).

1—пробы предварительно насыщены в магнитном поле 20 кэ; 1а—проба термонамагниченная, 2—повторное нагревание пробы.

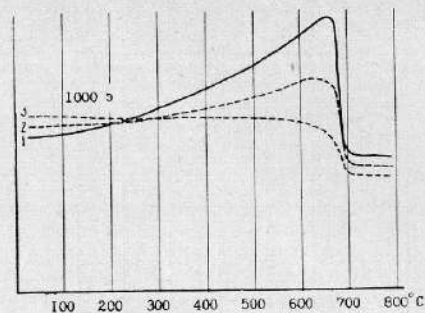


Рис. 74. Кривые ТМА серии последовательных нагревов образца лимонита.

суперпарамагнитной. На рис. 74 демонстрируется характер магнитного поведения при нескольких последовательных прогревах пробы лимонита. Подъем намагниченности объясняется частичной раскристаллизацией аморфной гематитовой массы, но в целом вклад этих частиц в намагниченность не столь уж велик по сравнению с относительно высоким парамагнитным фоном.

Лепидокрокит более редкий в породах минерал, нежели гетит. Встречаются они обычно в тесной ассоциации друг с другом. Диссоциация лепидокрокита начинается при температуре около 300°С, и новообразованием оказывается маггемит, увеличивающий намагниченность пробы в десятки раз (рис. 75). Дальнейшее нагревание, как мы уже видели, приводит к разложению маггемита в гематит. Как и в случае гетитов, даже незначительная примесь в пробе двухвалентного железа приводит в процессе нагревания к образованию магнетита (рис. 76).

Лепидокрокит является парамагнетиком, однако, ассоциируя с гетитом, почти всегда в естественных его образцах выявляется низкотемпературная¹ точка Кюри, характерная для гетитовой примеси. Для этого следует лишь усилить эффект, предварительно насытив пробу в сильном магнитном поле или создавая в ней термонамагниченность (рис. 77).

¹ Имеется в виду интервал температур от комнатной до 150—200°С.

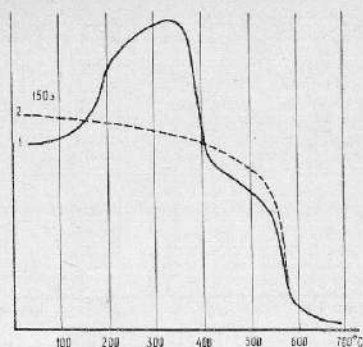


Рис. 75. Кривые ТМА образца бобовой железной руды (Урал).

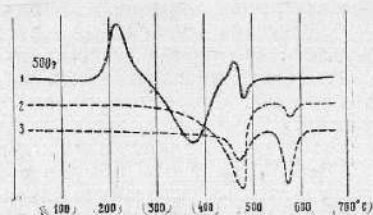


Рис. 76. Термомагнитграмма породы, содержащей лепидокрокит.
Новообразования — маггемит и магнетит.

Пирротин

Пирротин является составной частью некоторых изверженных пород, как габбро-диабазы, нориты, базальты в ассоциации с пентландитом и халькопиритом. В осадочных породах пирротин редок и встречается совместно с пиритом, сидеритом и фосфатами.

Пирротины представлены композиционным рядом промежуточного состава между троилитом и пиритом. Часть его кристаллизуется в гексагональной

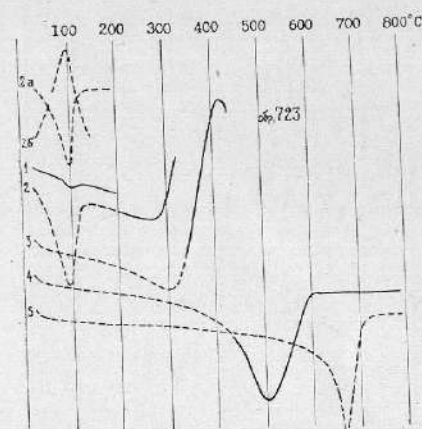


Рис. 77. Кривые ДТМА с деталями их низкотемпературной части для породы, содержащей смесь гематита и лепидокрокита.

1 — характер ДТМА низкотемпературной части при первичном нагреве; 2, 2а — детализация низкотемпературной части кривой ДТМА при увеличенной чувствительности весов; 2б — проба термомагнитна и повернута на 180°; 3 — диссоциация лепидокрокита; 4 — переход маггемита в гематит; 5 — окончательная термомагнитграмма.

сингонии, часть — в моноклинной. В зависимости от состава изменяется магнитное состояние пирротина от антиферромагнитного до ферромагнитного.

В работе С. Ю. Бродской и других [19, 20] магнитные свойства разных пирротинов обобщаются следующим образом:

1. Отмечаются две точки Кюри, одна из которых характеризует гексагональный пирротин ($T^{\circ}K 320^{\circ}C$) и другая — его моноклинную модификацию ($T^{\circ}K 350^{\circ}C$).

2. Начало термомагнитных изменений у гексагонального пирротина отмечается с температур, близких к $150^{\circ}C$, у моноклинного — не менее, чем с $300^{\circ}C$.

3. Максимум на кривых $I_s(T)$ для пирротинов λ -типа приходится на температуру $250^{\circ}C$.

Наши исследования по пирротину методом дифференциального термомагнитного анализа ограничены



Рис. 78. Кривые ДТМА пирротина (из коллекции музея КГУ).

данными, полученными по трем образцам. На рис. 78 представлена серия термоманитограмм ДТМА, снятых при последовательных нагревах пробы. На первичной кривой резко выделяется узкий высокоамплитудный пик, отвечающий γ -переходу всего пирротина в ферриманнитное состояние. Далее на кривой последовательно друг за другом следуют два резких пика спада намагниченности, соответствующие по всей видимости двум точкам Кюри пирротина (320 и 380°C). На повторных диаграммах эффект возрастания намагниченности отсутствует. Пики, соответствующие точкам Кюри, сохраняются, но с каждым последующим нагревом постепенно вырождаются в один широкий пик с максимумом 330°C , теряют амплитуду и выполаживаются. Одновременно с распадом пирротина идет формирование магнетита и его постепенное окисление до гематита.

Весьма схожий характер термоманитной зависимости выявляется и при исследовании двух других образцов. В обоих случаях отмечается повышение

намагниченности при температуре около 270°C с максимумом, приходящимся на 280°C . Отмечается точка Кюри с температурой 320°C , но если в одном из образцов это единственный спад намагниченности за счет пирротина, то в другом пик спада расщепляется на дуплет с температурами 320 и 340°C (рис. 79 и 80). Оба образца характеризуются наличием примеси магнетита.

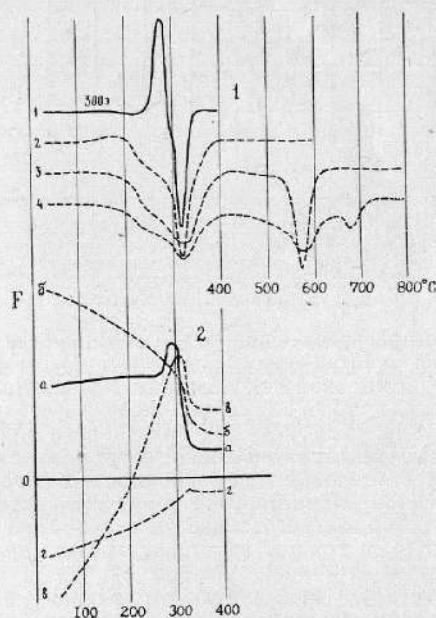


Рис. 79. Термоманитограммы пирротина (Хибинь).

1—серия повторных нагревов пробы; 2—серия кривых ТМА; а—первичная кривая; б—термоманитная проба; в—термоманитная проба; г—термоманитная проба с выключенным электромагнитом.

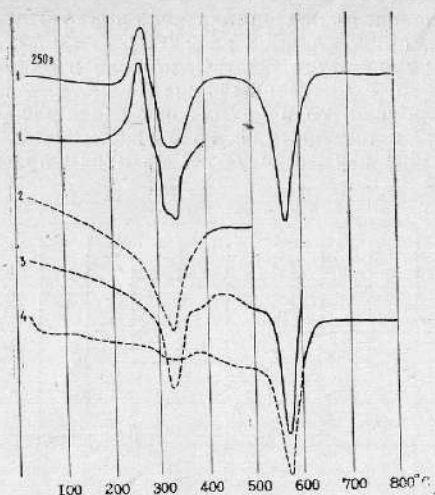


Рис. 80. Кривые ДТМА пирротина.

В ходе прогревов в пирротине формируется термоостаточная намагниченность, весьма существенная по величине. О высокой стабильности этой намагниченности можно судить по серии экспериментов, представленных на рис. 79-2. Для сохранности пробы нагрев осуществлялся лишь до 400°C. Условия регистрации термомангнитной зависимости для всех кривых идентичны. Намагничивая пробу при остывании, видим, что термонамагниченность вносит существенный вклад (б) в полную намагниченность пирротина. Поворачивая трубочку с пробой на 180° и тем самым ориентируя наведенную термонамагниченность в направлении, противоположном силовым линиям электромагнита, выявляем, что термонамагниченность значительно сильнее наводимой индуктивной намагниченности и отталкивает пробу от электромагнита (в, г). Ход термомангнитogramмы в данном случае в какой-то степени характеризует потерю термонамагниченности. Подобные эксперименты с термонамагниченностью проведены нами для многих минера-

лов: магнетита, гематита, титаномagnetита, гетита. Они позволяют более точно определить температуру Кюри минерала.

Железо

Самородное железо встречается крайне редко. Встреченность его отмечается иногда в перидотитах в ассоциации с магнетитом и оливином. Железо является основной составной частью металлических метеоритов и почти постоянной примесью каменных.

Для железа характерным является сильно выраженный ферромагнетизм с точкой Кюри в области 750°—780°C. На представленных термомангнитogramмах различных железных метеоритов (рис. 81), имеющих в музее Казанского университета, выявляется почти прямоугольная зависимость намагниченности от

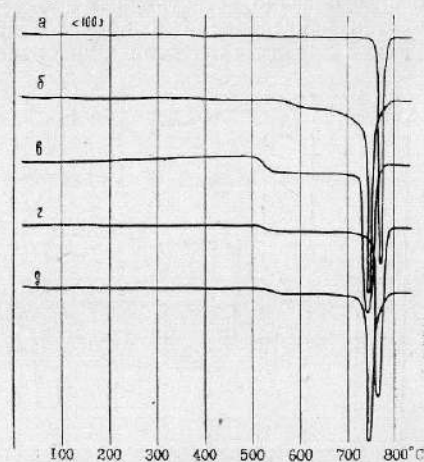


Рис. 81. Термомангнитogramмы ДТМА отдельных железных метеоритов (геологический музей КГУ).

а—железо-каменный, место падения Чили, 1822 г.; б—железный, Сихотэ-Алиньский, 1947 г.; в—каменный, Белая Гора, 1918 г.; г—каменный, Австралия, Гилдон, 1889 г.; д—железный, Азербайджан, Ярдымский, 1957 г.

температуры. При нагреве почти до $650-700^{\circ}\text{C}$ не наблюдается существенных изменений намагниченности. Точка Кюри наступает резко, с крутым фронтом спада. Весь спад намагниченности укладывается от начала до конца в интервал $40-50^{\circ}$ по температурной шкале.

В одной из проб помимо железа существенное уменьшение намагниченности происходит при температуре $360-380^{\circ}\text{C}$ также в виде большой амплитуды пика. Обязано его проявление, по-видимому, присутствию в составе метеорита самородного никеля (рис. 82). В каменных метеоритах существенную роль приобретает магнетит.

Практика термоманнитного анализа показывает, что железо в действительности обнаруживается в пробах не так-то уж и редко. Присутствие его далеко не всегда обязано естественным процессам. Железо заносится искусственно в процессе дробления пробы, бурения или механической обработки образ-

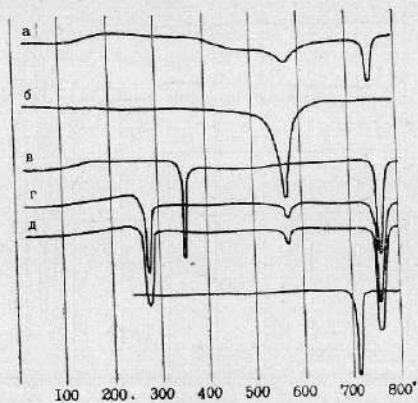


Рис. 82. Термоманнитогаммы ДТМА отдельных каменных метеоритов (геологический музей КГУ).

а—каменный. Австралия, 1889 г.; б—каменный. Африка, Эрмео, 1889 г.; в-г-железо-каменный. Кустанай, Биктубе, 1888 г.; д—каменный США. Фарлингтон.

цов, магнитной сепарации и т. д. (рис. 83). И, по-видимому, в случае обнаружения точек Кюри с температурами выше 700°C следует прежде всего установить возможные пути засорения породы железом, нежели интерпретировать результаты как естественный факт.

Пирит

Этот минерал широко распространен в природе. Большие скопления пирита в осадочных образованиях связываются обычно с условиями осадкообразования при сероводородном заражении. Встречается в виде конкреционных стяжений, отдельных кристаллов или агрегатов и нередко тонко распылен в основной массе породы.

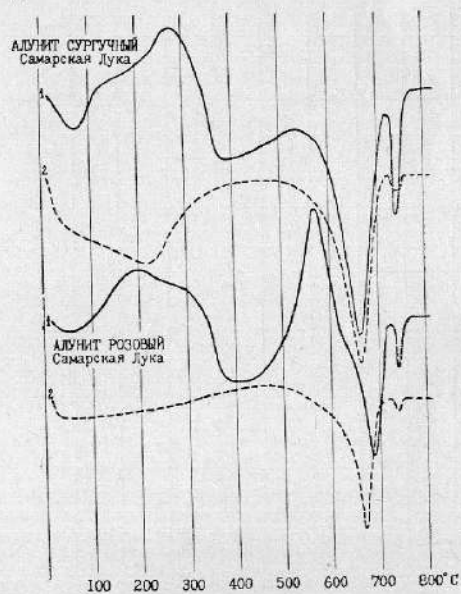


Рис. 83. Кривые ДТМА алунита, засоренного при растирании железом.

Пирит не обладает ферромагнитными свойствами, но при определенных условиях может служить поставщиком в состав пород ферромагнитных новообразований, таких, как магнетит, маггемит, гематит, гетит, пирротин. Диссоциация пирита начинается при температурах 450—500° С (рис. 84), и вслед за этим следует значительный подъем намагниченности, прерываемый резким спадом, связанным с прохождением температуры Кюри магнетитом. Выше по температурной шкале для пирита никаких терромагнитных эффектов не наблюдается. Повторное исследование пробы показывает значительное увеличение намагниченности и наличие в составе пробы, помимо магнетита, новообразованного пирротина ($T^{\circ}K = 320^{\circ}C$ и $390^{\circ}C$). Повторение прогревов приводит к постепенному рас-

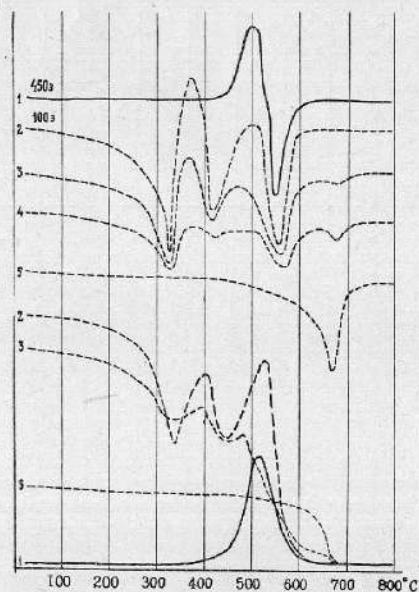


Рис. 84. Кривые ДТМА и ТМА образца безовского пирита.

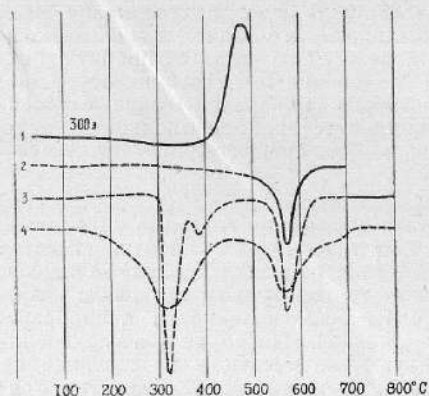


Рис. 85. Кривые ДТМА серии поэтапных прогревов пирита (юра, Самарская Лука).

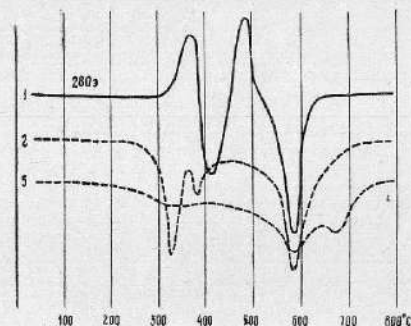


Рис. 86. Термоманитограммы ДТМА образца сильноокисленного пирита (Приполярный Урал).

наду пирротина, окислению магнетита и формированию гематита как конечного минерального продукта.

Поэтапное прогревание пирита (рис. 85) показывает, что с началом диссоциации до температуры 550—600° С происходит образование только лишь магнетита. Пирротин для своего образования нуждается в более глубоком прогреве, до температуры 700—800°С.

Терромагнитный метод пригоден для диагностики присутствия пирита в породах в малых количествах, и можно надеяться на перспективность применения его для исследования генетических особенностей образования этого минерала. В ряде случаев, вместе с пиритом присутствует лепидокрокит, и терромагнитная зависимость существенно усложняется (рис. 86).

Сидерит

Первичная терромагнитограмма сидерита мало чем отличается от таковой для пирита. Имеется и эффект возрастания намагниченности, начинающийся на более низком температурном интервале (300—400° С), и эффект спада намагниченности новообразованного магнетита (рис. 87). Повторные исследования пробы документируют значительное возрастание ее намагниченности и наличие лишь эффектов, связанных с новообразованным магнетитом.

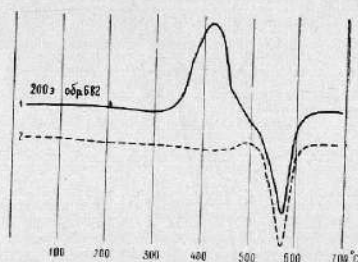


Рис. 87. Кривые ДТМА сидеритовой конкреции (нижний триас, р. Луза).

Вновь сформированный магнетит в одних случаях обнаруживает нормальную терромагнитную зависимость с хорошим проявлением точки Кюри при температуре 580° С. В других случаях новообразование оказывается настолько тонкодисперсным, что точка Кюри его не обнаруживается, а максимум фиксируемого спектра блокирующих температур располагается в интервале 200—400° С (рис. 88). Магнезиальные сиде-

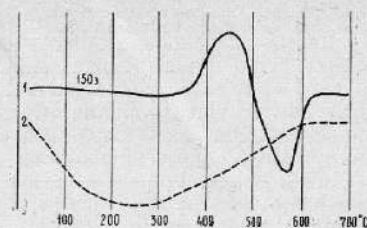


Рис. 88. Кривые ДТМА тонкодисперсного сидерита.

риты, по данным В. И. Багина и др. [6, 8], дают начало своеобразному магнезиальному магнетиту с устойчивой точкой Кюри при температуре 300—380° С. Аналогичные результаты получены нами при дифференциальном терромагнитном исследовании образца хорошо раскристаллизованного коричневатосерого сидерита (рис. 89).

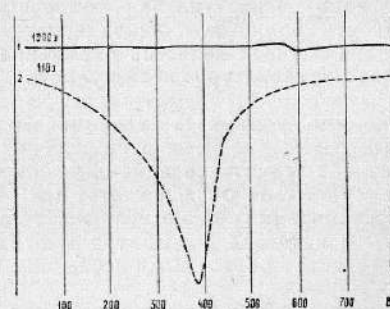


Рис. 89. Кривые ДТМА анкерита.

Таким образом, сидерит и пирит при терромагнитных исследованиях отличаются друг от друга своеобразием новообразованных ферромагнетиков, и эти признаки могут быть использованы для диагностики малых примесей данных минералов в горных породах.

Из приведенной характеристики терромагнитного поведения различных железосодержащих минералов можно заключить, что диагностика минерального состава базируется прежде всего на выявлении температурного интервала существования той или иной ферромагнитной фазы. Эти фазы различаются по интенсивности индуктивной намагниченности, по характеру ее появления и спада. Горные породы в магнитном отношении чаще многокомпонентны, и температурные интервалы существования отдельных фаз перекрывают друг друга, образуя сложный характер терромагнитной зависимости.

Подчеркивая основные моменты терромагнитных минералогических исследований, следует отметить:

1. В ходе анализа термической зависимости магнитных свойств веществ необходимо учитывать особенности структуры ферромагнетика. В зависимости от размеров минеральных частиц характер терромагнитной кривой существенно видоизменяется. Тонкодисперсный материал ферромагнетика начинает терять намагниченность в относительно низких температурах, и нередко до наступления температуры Кюри намагниченность полностью ликвидируется. Кривая ДТМА в таких случаях является отражением спектра блокирующих температур исследуемого вещества (рис. 90).

2. Необходимо учитывать влияние на характер терромагнитogramм эндо- и экзотермических реакций, сопровождающих кристаллизационные перестройки. Они могут существенно задерживать или, наоборот, ускорить фиксируемые на диаграммах терромагнитные эффекты и исказить их. Контроль этих нарушений осуществляется повторными исследованиями пробы (см. рис. 39).

3. При динамическом режиме терромагнитных исследований представляется возможность разграничить эффекты спада намагниченности, связанные с распадом ферромагнетика, и эффекты потери намагниченности, обязанные прохождению точки Кюри. Манипулируя скоростями нагрева, можно видеть, что пики, соответствующие точкам Кюри, остаются на своих характерных температурах, тогда как процессы кристаллических превращений существенно смещаются по температурной шкале (рис. 40).

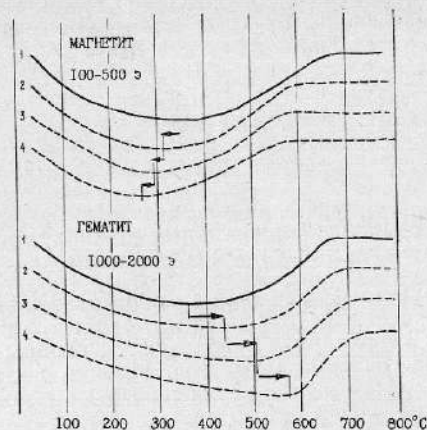


Рис. 90. Две серии терромагнитogramм ДТМА тонкодисперсных магнетита и гематита. Стрелками указано смещение максимума спада намагниченности при каждом последующем нагреве пробы.

4. Дифференциальная модификация терромагнитного анализа значительно расширяет его возможности, обеспечивая точность температурной регистрации магнитных эффектов и увеличивая разрешающую способность.

Глава V

ЖЕЛЕЗИСТЫЕ МИНЕРАЛЬНЫЕ КОМПОНЕНТЫ КРАСНОЦВЕТНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

Красноцветные осадочные образования широко распространены на различных стратиграфических уровнях и территориях и пользуются особым вниманием среди палеомагнитологов. Именно по красноцветам получены наиболее достоверные реконструкции древних магнитных полей.

Вопросы минералогии и генезиса железистого пигмента для красноцветных образований чрезвычайно важны, но решаются они пока лишь в самой общей форме, а чаще вообще заменяются рассмотрением терригенных минеральных компонент или глинистой основной массы. Количественная роль железистых минералов в осадочных породах невелика, и это определяет сложность осуществления в них классических методов диагностики. Термомагнитный анализ, особенно его дифференциальная модификация, в комбинации с другими магнитометрическими методами исследования в приложении к красноцветам может представить большой комплекс своеобразных признаков, присущих железистой минеральной примеси. С одной стороны, это константы, такие, как точки Кюри, Нееля, Морины, Вервея; с другой стороны, признаки зависящие от структурного состояния железистого материала, от примесей, водонасыщенности, степени раскристаллизации и т. д.

Ниже представлены некоторые данные о железистых минеральных компонентах, выявляемых в процессе исследования остаточной намагниченности и термомагнитных анализов красноцветов рифея Воляни, перми и триаса Среднего Поволжья и некоторых четвертичных разрезов.

Гематит в красноцветных породах

Данные исследования естественной остаточной намагниченности всех красноцветных образований показывают наличие высокостабильной компоненты I_m , отражающей направление древнего геомагнитного поля. По отношению этой намагниченности к различным размагничивающим факторам наличие ее связывается обычно с присутствием в составе породы гематита. Об этом свидетельствует также и красная окраска породы. Выбирая магнитный сепарат в сильных магнитных полях, с помощью рентгеновской дифрактометрии удается доказать наличие гематита, но удивительное дело, термомагнитный анализ того же сепарата почти постоянно документирует лишь эффекты магнетита. Такая разница в результатах анализов объясняется огромным различием магнитных свойств гематита и магнетита. Сепарация выделяет магнетит гораздо лучше, чем гематит. Ничтожное в породе содержание магнетита в сепарате становится более ощутимым, а в магнитном отношении вообще определяющим. На рис. 91 представлены термомагнитограммы ДТМА породы и выделенного из нее сепарата. Исследование велось при одних и тех же условиях. Кривые имеют корытообразную форму с довольно постоянной скоростью потери намагниченности по широкому температурному интервалу. Термомагнитограмма сепарата осложнена широким пиком, отвечающим точке Кюри магнетита. Конфигурация

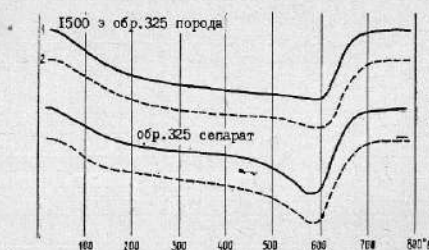


Рис. 91. Кривые ДТМА породы и выделенной из нее магнитной фракции (глина, верхняя пермь, Поволжье).

термомагнитограмм показывает, что если остаточная намагниченность породы и обязана гематиту, то этот минерал настолько тонкодиспергирован, что его магнитное состояние в значительной степени определяется уровнем термических флуктуаций. Присутствие гематита доказывается рентгеноскопией магнитного сепарата, причем диффузионный характер и отсутствие отражений от некоторых кристаллографических направлений показывает некоторое несовершенство кристаллической структуры данного минерала в исследуемых породах.

Таков, в общем, характер термомагнитограмм большинства пород татарского и казанского ярусов верхней перми Среднего Поволжья (рис. 92). Среди пород уфимского яруса красноцветность наиболее резко выражена. Дифференциальные термомагнито-

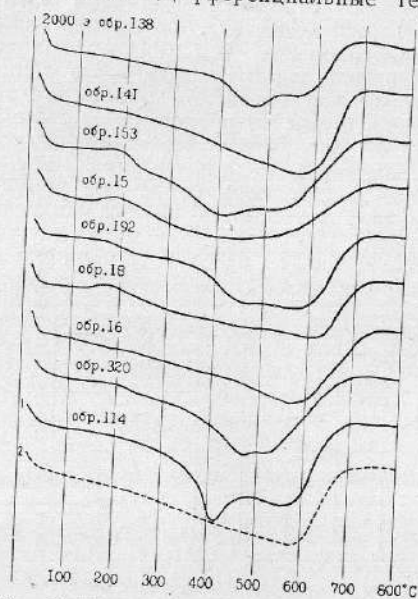


Рис. 92. Кривые ДТМА отдельных образцов красноцветных глин (р. Кама).

граммы уфимских пород также не выявляют точки Кюри гематита, но спектр спада намагниченности имеет неравномерный характер. Широкий максимум блокирующих температур приходится на интервал 500–620° С (рис. 93). В рифейских красноцветях

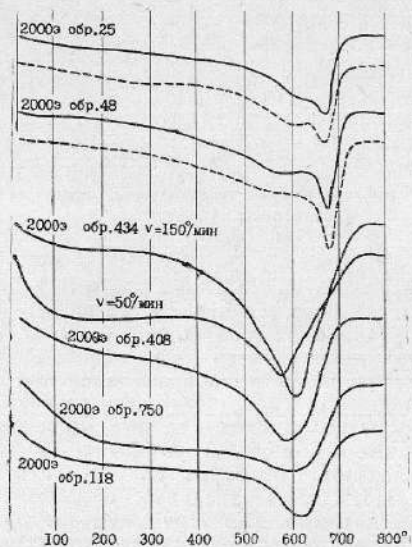


Рис. 93. Термомагнитограммы ДТМА образцов красноцветных глин из отложений уфимского яруса (р. Шешма).

термомагнитные характеристики пород весьма схожи с уфимскими, однако в области 675°С проявляется пик, отвечающий точке Кюри гематита. Для рифейских красноцветных глин низкотемпературный блокирующий спектр практически отсутствует. Существенный спад намагниченности имеет место при температурах, превышающих 400°С.

Следует отметить, что температура спада намагниченности, отвечающая достижению блокирующих температур частичек гематита, не превышает 620° С.

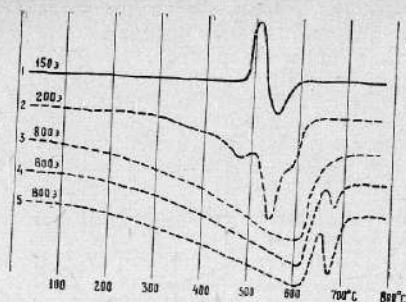


Рис. 94. Кривые ДТМА арсенопирита (геологический музей КГУ).

Пик, отвечающий точке Кюри этого минерала, отделен от остального спектра интервалом в 20–30° (рис. 93). Подобное соотношение имеет место не только при исследовании красноцветов. Таков характер гематитового новообразования при диссоциации арсенопирита (рис. 94), при нагревании отдельных образцов гидроокислов железа, маггемита и т. д.

О наличии в породе ферромагнитных частиц широкого диапазона размеров свидетельствуют и результаты охлаждения отдельных образцов в лабораторном магнитном поле. При температуре жидкого азота стабилизируются магнитные моменты большинства мелких частиц, находящихся при обычных температурах в суперпарамагнитном состоянии. В результате остаточная намагниченность холодного образца возрастает в 5–10 раз относительно первоначальной. Наиболее существенно возрастание остаточной намагниченности при подобных экспериментах происходит у пород, для которых по термомагнитограммам максимум спада намагниченности приходится на область температур от 20 до 300–400°С. Наоборот, рифейские красноцветы, для которых отсутствует спад намагниченности в малых температурах при охлаждении до температуры жидкого азота, практически не меняют ни направления, ни величины остаточной намагниченности.

Как известно, охлаждение гематита сопряжено с прохождением им точки Морина и с переходом в полностью скомпенсированное антиферромагнитное состояние [21, 61, 76]. Гематит при этом должен терять свои ферромагнитные свойства, однако в действительности происходит это далеко не всегда. Охлаждение жидким азотом ликвидирует намагниченность хорошо кристаллически образованных гематитовых образцов, в то время, как гематитовые частицы, блокирующие температуры которых существенно ниже точки Кюри, не подвержены этому фазовому переходу. Для установления связи между эффектом точки Морина и структурой ферромагнетика был проведен ряд экспериментов по намагничиванию пород

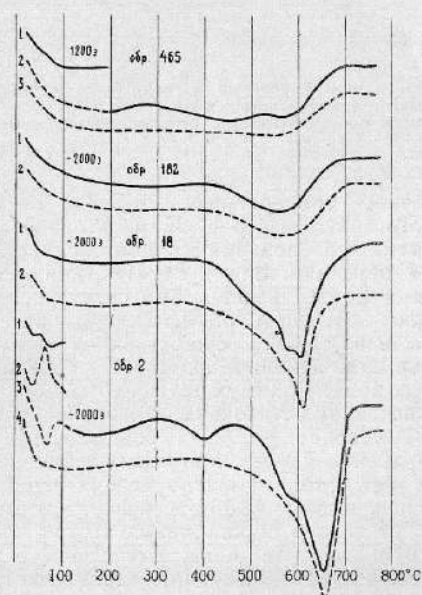


Рис. 95. Кривые ДТМА образцов осадочных пород, выбранных для эксперимента с охлаждением. Образец 465 — исоген, обн. Домашкинские Вершины; Образец 182 — пермь, обн. Котловка; Образцы 2 и 18 — рифей, Волянь.

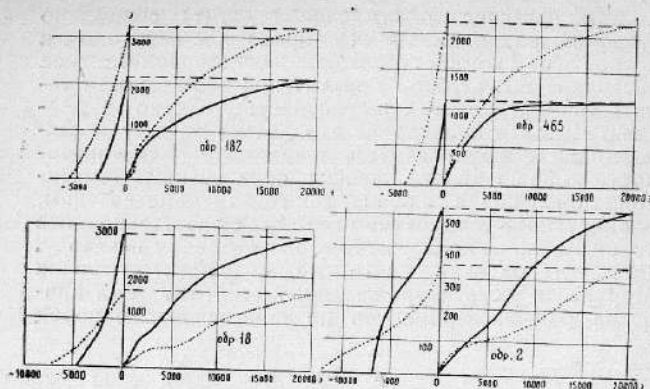


Рис. 96. Кривые намагничивания и разрушения остаточной намагниченности четырех образцов глин.
Обр. 465 — неоген, обн. Домашинские Вершины; обр. 182 — пермь, обн. Котловка; обр. 2 и 18 — рифей, Вольня.

при комнатных температурах и при температурах жидкого азота. На рис. 95 и 96 представлены результаты этих исследований и термомагнитограммы ДТМА по 4 образцам. В тех случаях, когда термомагнитограмма представляет собой спектр спада без проявления точки Кюри (обр. № 182, 465), при низких температурах наблюдается существенное увеличение остаточной намагниченности насыщения и величины разрушающего поля. Для двух других образцов, наоборот, при охлаждении остаточная намагниченность насыщения существенно упала, а разрушающее поле возросло. В данном случае, при охлаждении, на фоне закрепления магнитных моментов мелких зерен теряется остаточная намагниченность более крупных частиц. О присутствии в породе таких частиц гематита свидетельствует наличие пика, отвечающего точке Кюри при снятии термомагнитной характеристики.

Охлаждение в некоторых случаях, по-видимому, можно использовать в качестве своеобразного метода чистки для палеомагнитного анализа. Красно-

цветные породы при охлаждении и химическом вообразовании тонкой гематитовой примеси приобретают остаточную намагниченность, направленную по существующему геомагнитному полю. Первоначально вся эта намагниченность, по-видимому, имеет временную природу. В процессе породообразования происходит рост частиц, что приводит к значительному возрастанию их времен релаксации. Направленные магнитных моментов многих частиц при этом жестко стабилизируются. В то же время низкотемпературная часть спектра пополняется за счет роста частиц, находившихся ранее в суперпаромагнитном состоянии. Последующая история геомагнитного поля сказывается в первую очередь на частицах с относительно низкими временами релаксации, в то время как более крупные частицы способны сохранять направление своего магнитного момента практически бесконечно. На этой стадии магнитной зрелости находятся многие красноцветы перми и триаса. Процессы катагенеза существенно видоизменяют это магнитное состояние породы. Даже слабые катагенетические процессы могут способствовать дальнейшему росту размеров частиц гематита. При этом с древней намагниченностью существенных изменений не происходит, а вот частицы, ответственные ранее за вязкую намагниченность, вырастают до стабильных с достаточно большими временами релаксации для длительного сохранения направления их намагниченности. Таким образом, магнитно стабильная часть остаточной намагниченности оказывается двухкомпонентной. Естественно, что направление остаточной намагниченности окажется сложным из двух направлений геомагнитных полей — синхронного и метасинхронного. При этом синхронная намагниченность будет определяться наиболее крупными частицами ферромагнетика, которые на термомагнитограммах дают вклад в проявление точки Кюри. Не исключено, что охлаждая жидким азотом образцы горных пород в кольцах Гельмгольца и сравнивая остаточную намагниченность „нормального“ и „холодного“ образцов, представится возможность оценить направления синхронной и метасинхронной намагниченности в отдельности.

Рентгеноструктурный анализ магнитных фракций большинства красноцветных пород наряду с гематитом фиксирует наличие гетита. Как мы уже видели ниже, образцы гетитов в ряде случаев обладают существенным ферромагнитным моментом, и не исключено, что в красноцветах за счет гетита возможен какой-то вклад в остаточную намагниченность. До пределов увеличивая чувствительность термомагнитной установки и создавая благоприятные условия для обнаружения эффекта точки Кюри гетита, мы обнаружили ферромагнетизм этого минерала лишь в ряде образцов рифейских глин (рис. 97). Эффект точки

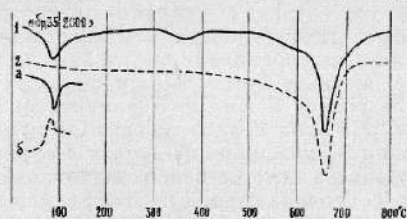


Рис. 97. Кривая ДТМА образца рифейской глины (Волын). Низкотемпературная часть детализирована на предельно высокой чувствительности прибора.

Кюри гематита для красноцветов, как мы уже видели, тоже проявляется только в рифее. Не исключено, что некоторая часть намагниченности, являющейся вязкой, и суперпарамагнитный фон многих красноцветных пород обязаны в какой-то степени гетиту.

Магнетит в красноцветных отложениях

При дифференциальном термомагнитном анализе красноцветных пород часто проявляется присутствие магнетита. Иногда это типичная термомагнитограмма магнетита с пиритом и высокоамплитудным спадом намагниченности в области 580° С (рис. 98). В большинстве случаев пик спада намагниченности магнетита имеет овальную форму, небольшую амплитуду и сопровождается широким корытообразным спадом намагниченности. Интерпретация таких кривых затруд-

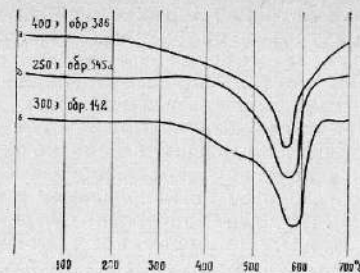


Рис. 98. Кривые ДТМА магнетитсодержащих красноцветных пород.
а — Ленингорск; б — Путятино; в — Монастырское.

нительна. Регистрация их на установке ведется при чувствительностях, когда можно ожидать на термомагнитограммах эффекты гематита. Поэтому не исключено, что большая часть спада намагниченности в данных случаях обязана тонкодисперсному гематиту. Сам магнетит лишь усложняет характер кривых, отмечая слабый максимум при температуре 550÷580° С.

Формирование красноцветных осадков происходит в сугубо окислительных условиях. Магнетит в них по природе является аллотигенным. Разлит в виде обломочных зерен различных размеров и служит основной составной частью тяжелой фракции. Увеличение концентрации магнетита в породе сказывается в повышении ее магнитной восприимчивости.

При палеомагнитных исследованиях небольшая в магнитном отношении примесь магнетита практически не сказывается ни на величине, ни на направлении естественной остаточной намагниченности образца. Но при исследовании магнитных параметров породы в относительно высоких магнитных полях эффект намагниченности магнетита намного усиливается. Поэтому информация о естественном магнитном соотношении в породе различных минеральных фаз оказывается искаженной.

В ходе лабораторных исследований естественной остаточной намагниченности магнетита выявлена малая устойчивость ее по отношению к размагничивающим воздействиям переменного и постоянного маг-

нитных полей. Состояние магнетита в красноцветях таково, что почти полное размагничивание I_n достигается в переменных полях амплитудой до 100 э. Именно путем такого размагничивания возможно отделение остаточной намагниченности магнетита от остальной, более стабильной части I_n породы.

В ходе анализа направлений I_n нередко оказывается, что остаточная намагниченность, обязанная магнетитовой фазе, согласуется по направлению с определяемой гематитом. Иногда направления этих двух компонент I_n различны. Примером тому могут служить данные палеомагнитных исследований верхнепермских отложений, вскрывающихся у д. Галево в среднем течении р. Камы. Залегание пород характеризуется здесь переслаиванием глинисто-алевритовых пород с мощными линзообразными телами косослоистых песчаников [18]. Микроволнистая слоистость глин и крупная косая слоистость песчаников являются одной из характерных особенностей разреза. Судя по косослоистым текстурам пород, движение водных масс происходило преимущественно в западном и северо-западном направлениях. При анализе на сфере векторов I_n выявляется их четкая локализация (рис. 99).

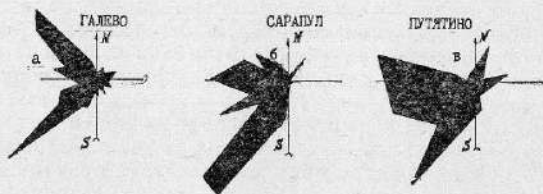


Рис. 99. Векторная диаграмма распределений направлений по склонению для образцов обн. Галево (а), Сарапул (б) и Путятино (в).

Одна группа векторов имеет крутые углы наклонения и склонения в диапазоне от 180° до 360° . Это преимущественно перемангнитенные современным геомагнитным полем породы. Вторая группа векторов отходит от первой в виде полосы в сторону направления древнего магнитного поля обратной полярности. Существует еще третья группа векторов, ориентация

которых хорошо согласуется с направлениями палеотечений.

Термомагнитные исследования образцов из обнажения Галево документируют большую роль магнетита в составе магнитных минералов пород (рис. 100). Точка Кюри его отличается острым, интенсивным пиком. Спад намагниченности начинается в области $300-400^\circ\text{C}$. Нередко спад этот осложняется эффектом распада магнетита. Пик, соответствующий точке Кюри, асимметричный, с крутым обратным фронтом.

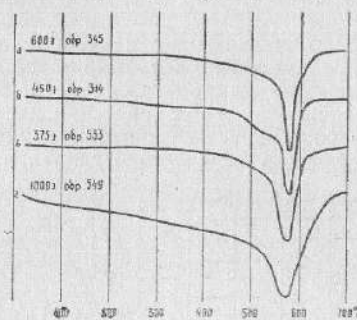


Рис. 100. Кривые ДТМА отдельных образцов пород Галево (а, б), и Рябинского (в, г) обнажений.

Размагничивание образцов в переменных магнитных полях приводит к снятию намагниченности магнетита и к перераспределению результирующих направлений I_n . Большая часть векторов первой группы остается на своих местах. Векторы второй группы, если и меняют свое положение, то только тем, что смещаются еще дальше по кругу перемангничивания в сторону древнего направления. Распадается третья локализация векторов. Большая часть направлений I_n переходит на большой круг перемангничивания (рис. 101), обнаруживая тем самым связь с древним магнитным полем.

Помимо приведенного векторного анализа для диагностики магнетита необходимо бывает учитывать его относительно слабую устойчивость при нагревах на

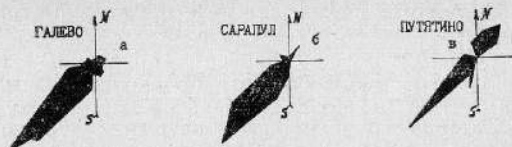


Рис. 101. Векторная диаграмма распределений направлений в результате листки переменным магнитным полем образцов Галевского (а), Сарапульского (б) и Путятинского (в) обнажений.

воздухе. От нагрева к нагреву намагниченность магнетитсодержащей пробы непрерывно падает, пик, проявляющийся при температуре 580°C , выполаживается и постепенно исчезает (рис. 102). Вместе с тем все четче вырисовываются на кривой термомагнитные эффекты содержащегося в породе гематита.

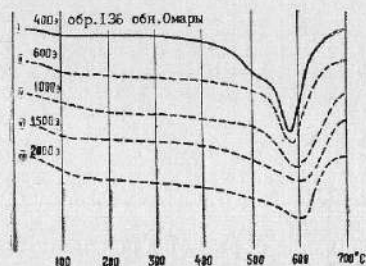


Рис. 102. Кривые ДТМА серии последовательных нагревов магнетитсодержащего песчаника. Некоторые промежуточные термомагнитные кривые на рисунок не нанесены.

Маггемит в отложениях ветлужской серии нижнего триаса бассейна р. Ветлуги

В породах, образование которых происходило в условиях окислительной среды или претерпевших в той или иной степени выветривание, нередко совместно с магнетитом устанавливается присутствие маггемита. В используемой нами эталонной пробе

синтетического магнетита при первом прогреве на термомагнитной кривой также имеется эффект разложения маггемита (рис. 103).

Вполне обычной данная минеральная ассоциация является для многих красноцветных пород с повышенными значениями магнитной восприимчивости (рис. 104). В ходе массовых термомагнитных исследований крас-

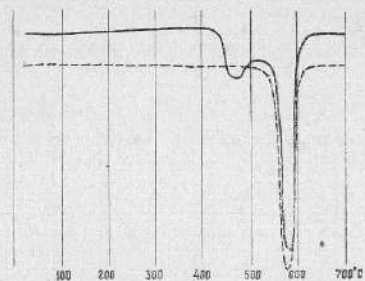


Рис. 103. Кривая ДТМА синтетического магнетита, используемого в смеси с порошком каолинита в качестве эталона.

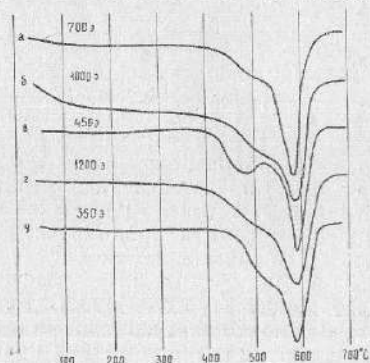


Рис. 104. Кривые ДТМА магнетитсодержащих образцов пород в ассоциации с магнетитом: а — обн. Котловка, P_{2kz} ; б — обн. Каркали, P_{2n} ; в — обн. Путятин, P_{2z} ; г — обн. Аристово, P_{2z} ; д — обн. Корвинно, T_{2n} .

ноцветных пород устанавливается наличие и таких образцов, роль маггемита в которых является определяющей. Встречаются они в разрезе уфимского, казанского, татарского ярусов (рис. 105), но особенно широким распространением пользуются в отложениях ветлужской серии нижнего триаса. Такого

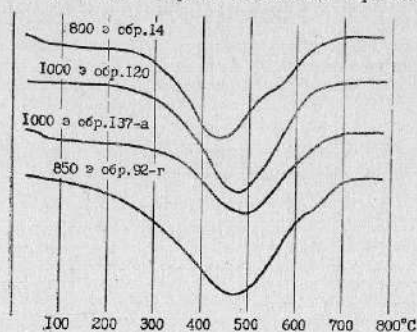


Рис. 105. Кривые ДТМА маггемитсодержащих глинистых пород.

а — обн. Путятино, P_2M_2 ; б — обн. Каркали, P_2M_2 ; в — обн. Тумутук, P_2M_2 ; г — обн. Медвежий извоз, P_2M_2 ; д — обн. Успеновка, P_2M_2 .

типа породы внешне мало чем отличаются от остальных. Не выделяются они особо и величинами магнитной восприимчивости и остаточной намагниченности.

Маггемит на термомагнитограммах проявляется в виде широкого клинообразного пика с очень малыми или отсутствующими вовсе магнетитовыми эффектами при температуре 580°C (рис. 106). Максимум потерь намагниченности маггемита приходится на температуру 420—450°C. Уменьшение скорости нагревания пробы до 50° в минуту вызывает смещение пика влево, в область температур 350—420°C. Как и обычно для маггемита, при повторном нагреве намагниченность пробы резко падает, и термомагнитная кривая выравнивается, приобретая корытообразную форму, характерную для большинства гематитсодержащих красноцветных пород.

В ходе исследования остаточной намагниченности ветлужских маггемитсодержащих пород выявляется,

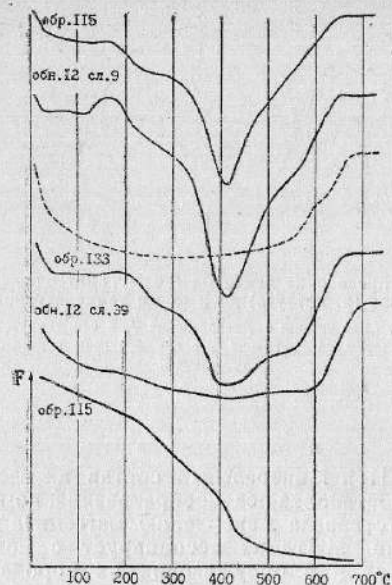


Рис. 106. Термомагнитограммы ДТМА и ТМА маггемитсодержащей глины (нижний триас, р. Ветлуга).

что маггемит в них является носителем естественной остаточной намагниченности, отражающей направление древнего геомагнитного поля (рис. 107). Температурная чистка ориентированных образцов при 500°C приводит к значительной потере величины I_a , но направление ее полностью сохраняется. Можно полагать, что наряду с маггемитом в этих породах присутствует гематит и оба они несут информацию о древнем магнитном поле.

Распространение маггемита в ветлужской серии ограничивается отложениями краснобаковского и шилихинского горизонтов. В этой части разреза нижнего триаса, особенно в бассейне р. Ветлуги, широким развитием пользуются захороненные почвенные об-

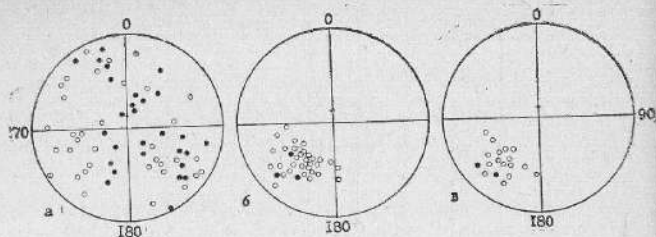


Рис. 107. Распределение векторов I_n магнетитсодержащих пород обн. Пешиха (р. Ветлуга) до и после температурной чистки.

а — направление I_n до чистки; б — направление I_n после температурной чистки ($T = 100^\circ \text{C}$, 3 часа); в — направление I_n после прогрева образцов до температуры 500°C .

разования [14]. Минеральный состав их весьма своеобразен. Обстановка осадкообразования, по-видимому, благоприятствовала накоплению магнетита и образованию почв. Магнетит ассоциирует с почвами, но присутствует и в окружающих их породах. Термоманнитные исследования различных уровней почвенных слоев выявляют, что магнетит практически всегда имеется в коричневатой-красной массе почвы, а в серых и голубовато-серых частях, как правило, отсутствует (рис. 108). В разделе, посвященном термоманнитному анализу по остаточной намагниченности, описываются некоторые особенности магнетитсодержащих пород.

Исходя из представлений широко распространенного развития почвообразующих процессов, Г. И. Блом [14, 15] проводит по этому признаку параллелизацию разрезов нижнего триаса Вятско-Ветлужского междуречья с полями развития триаса в Ярославском Поволжье, в бассейнах рек Юга и Лузы, в Куйбышевском Заволжье и т. д. Термоманнитные исследования подтверждают полностью эти сопоставления, выявляя широкое территориальное развитие магнетита в породах (рис. 109).

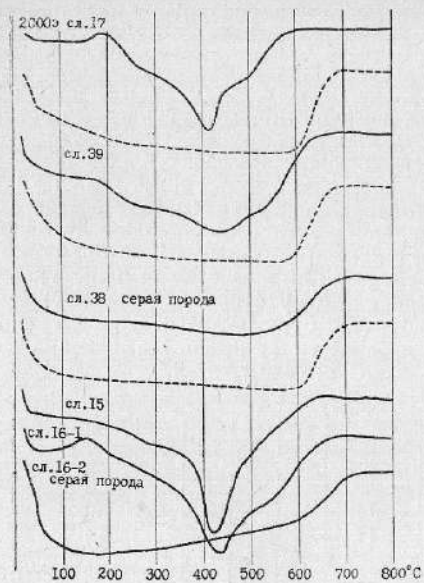


Рис. 108. Кривые ДТМА захороненных почвенных горизонтов (обн. 12, р. Ветлуга).

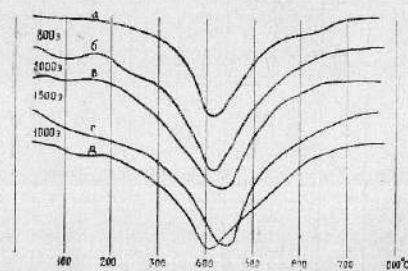


Рис. 109. Кривые ДТМА пород ветлужской серии нижнего триаса из различных участков Востока Русской платформы.

Железистые минеральные компоненты молодых осадочных отложений

Дифференциальному термомангнитному анализу был подвергнут ряд образцов, отобранных из разреза неоген-четвертичных отложений у с. Домашкинские Вершины (Куйбышевская область), включающего в себя и захороненные почвенные горизонты, и красноцветные образования, и сероцветы.

Характерной чертой всех без исключения термомангнитограмм (рис. 110) является размазанность процесса спада намагниченности на весь температурный интервал нагревания, отсутствие сколько-нибудь существенного эффекта, отражающего переход ферромагнетика пробы через точку Кюри. Подъем кривых в районе 150—200°С обусловлен эндозэффектом, возникаю-

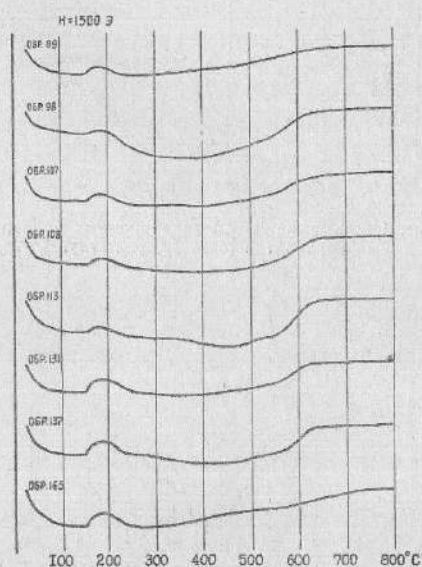


Рис. 110. Кривые ДТМА отдельных образцов пород из разреза у с. Домашкинские Вершины.

щим за счет потери адсорбционной воды. Интерпретация кривых с точки зрения определения ферромагнитных минералов практически невозможна. Для отдельных образцов температура Кюри может быть приблизительно определена по местоположению интервала заметного уменьшения скорости падения намагниченности. Следовательно, в материале исследованных проб концентрация частиц с высокими значениями блокирующих температур крайне низка, почти весь ферромагнитный материал находится в суперпарамагнитном и близком к нему состоянии. Подтверждением этому может служить резкое возрастание намагниченности образцов (до 10 и более раз) при охлаждении их до температуры жидкого азота в земном поле, а также поведение естественной остаточной намагниченности ориентированных образцов в процессе температурной чистки. Величина части естественной остаточной намагниченности, ответственной за отражение направления древнего геомагнитного поля, составляет нередко лишь единицы процентов I_n и с трудом поддается выделению.

Для более уверенного определения температуры Кюри ферромагнитных минералов изучаемых образцов была предпринята попытка работы в магнитных полях существенно большей напряженности (более 20 000 эрстед) с целью увеличения блокирующих температур (вместо УЭМ-1Т использовался электромагнит ФЛ-1). В результате возросли блокирующие температуры значительной части суперпарамагнитного материала пробы, и тем самым магнитные превращения

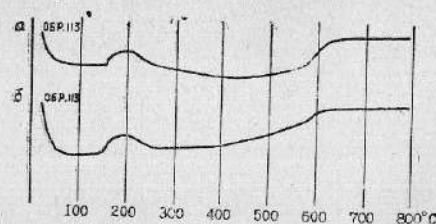


Рис. 111. Кривые ДТМА образца породы. Термомангнитограммы сняты в разных магнитных полях.

а — 1500 э, б — 20 000 э (неоген, Домашкинские Вершины).

частиц-носителей остаточной намагниченности оказались полностью затухеванными (рис. 111). Поэтому при термоманитном анализе осадочных отложений выгоднее работать в предельно слабых магнитных полях.

Четкое определение температур Кюри удалось выполнить лишь по кривым ДТМА магнитного сепарата из исследуемых образцов. В составе сепарата всех образцов основную роль играет магнетит, в ряде случаев помимо магнетита присутствует маггемит, в отдельных образцах — гематит (красноцветная часть разреза) (рис. 112). Необходимо помнить, что магнетит сепарируется заметно легче гематита, и поэтому даже для образцов, состоящих в основном из гематитового

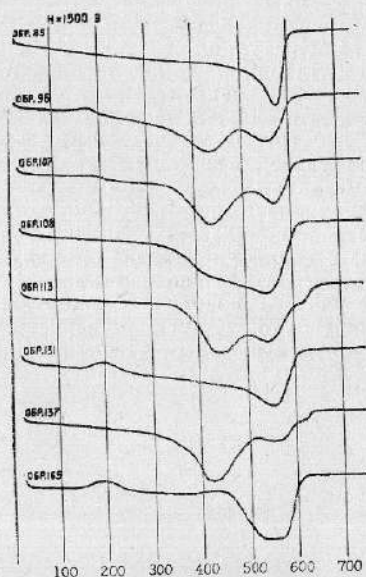


Рис. 112. Кривые ДТМА магнитного сепарата из отдельных образцов пород (Домашкинские Вершины).

материала, сепарат оказывается по магнитным свойствам существенно магнетитовым.

Магнитная сепарация, как предварительная перед выполнением ДТМА операция, необходима также и в тех случаях, когда изучаемый образец содержит заметное количество сидерита или пирита, в противном случае процесс новообразования магнетита (нагрев в воздухе) полностью перекроет магнитные эффекты исходных ферромагнитных минералов пробы.

ТЕРМОМАГНИТНЫЙ АНАЛИЗ ПО ОСТАТОЧНОЙ НАМАГНИЧЕННОСТИ

При исследовании магнитных свойств горных пород большой интерес представляет изучение температурной зависимости остаточной намагниченности образцов $I_r(T)$ и $I_n(T)$. Известно, чем перегибы кривых $I_r(T)$ и $I_n(T)$ чаще отвечают блокирующим температурам, нежели температурам Кюри [80], но знание блокирующих температур при палеомагнитных исследованиях не менее важно, чем знание минералов — носителей остаточной намагниченности. Максимум информации можно получить при сопоставлении кривых $I_{rs}(T)$, $I_s(T)$, $I_n(T)$.

В литературе можно найти описания различных магнитометров, предназначенных для измерения значений $I_r(T)$. Наиболее широко известен термоманометр конструкции Буракова К. С. [25]. Магнитометр предназначен для точечных измерений остаточной намагниченности образцов в интервале температур от комнатной до 700—800°С, отличается надежностью, стабильностью в работе, а также достаточно высокой чувствительностью, позволяющей использовать для термомангнитного анализа широкий круг пород от высокомагнитных изверженных образований до слабомагнитных осадочных. Недостатком прибора является возможность выполнения лишь точечных измерений, при которых не представляется возможным выявление тонких эффектов на снимаемых кривых. Сложность осуществления непрерывного процесса измерения связана с тем, что чувствительной системой прибора является магнито-модуляционный датчик, а электрическая печь, используемая в приборе для нагревания образца, создает магнитное поле, значительно превышающее измеряемое поле образца (даже в случае качественной бифилярной обмотки

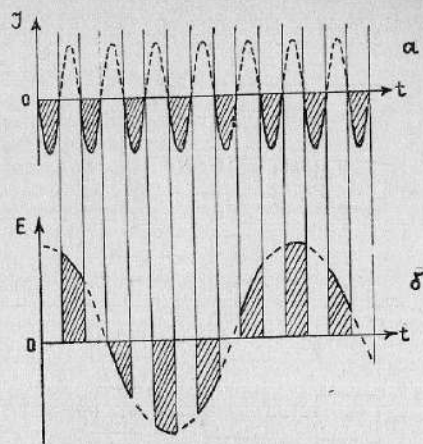


Рис. 113. Характер изменения во времени силы тока в нагревателе и Э. Д. С. на выходе модулятора.

нагревателя). Уровень помехи настолько велик, что синхронное выделение сигнала с частотой вращения образца оказывается невозможным. Однако в самом способе точечных измерений (взятие отсчета при выключенной печи) кроется возможность осуществления непрерывной записи. Если достаточно часто производить отключение печи, а при каждом включении печи отключать измерительный тракт прибора, то ценой падения эффективной чувствительности магнитометра будет приобретена возможность непрерывных измерений. Усложнение электрической схемы оказывается в целом сравнительно небольшим. Печь необходимо питать пульсирующим током однополупериодного выпрямления, т. е. в течение полупериода через полупериод, а в схему магнитометра ввести модулятор, управляемый 50-герцовым напряжением, находящимся в фазе с сетевым. Роль модулятора — отключение измерительного тракта на время работы печи и подключение его в промежутки времени (полупериоды сетевого напряжения), когда ток в печи

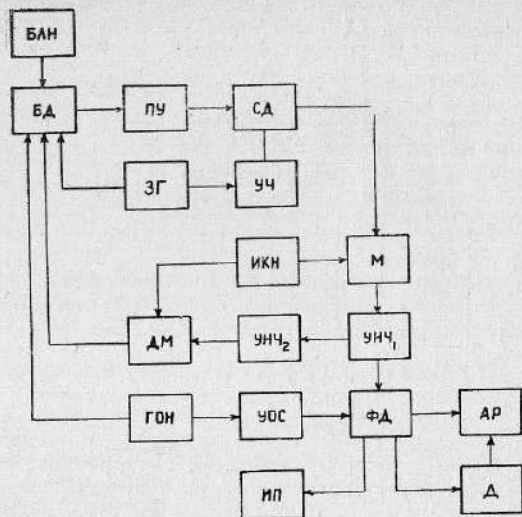


Рис. 114. Блок-схема термоманометра, предназначенного для непрерывного измерения и регистрации величин $I_r(T)$ и $\frac{dI_r}{dT}(T)$ образцов горных пород.

БД — блок датчика; ПУ — полосовой усилитель; СД — синхронный детектор; ЗГ — задающий генератор; УЧ — удвоитель частоты; М — модулятор; УНЧ₁ — усилитель низкой частоты тракта намерения; ФД — фазовый детектор; Д — дифференциатор; АР — авторегистратор; ИП — измерительный прибор; ГОИ — генератор опорного напряжения; УОС — усилитель опорного сигнала; УНЧ₂ — усилитель низкой частоты тракта автокомпенсации магнитного поля; ДМ — демодулятор; ИКН — источник коммутирующего напряжения; БЛН — блок линейного нагрева.

отсутствует. Таким образом, магнитометр и печь включаются попеременно 50 раз в секунду, влияние поля печи удается исключить полностью (на всех диапазонах измерения), эффективная чувствительность прибора падает не более, чем в 2 ÷ 2,5 раза (рис. 113). На рис. 114 представлена блок-схема модернизированного термоманометра. Пятидесятигерцовый модулятор (блок М на схеме) установлен на выходе синхронного детектора (блок СД) по следующим причинам. Модулятор может быть введен

только в часть схемы, обладающую низким значением постоянной времени, следовательно, до усилителя низкой частоты (УНЧ₁), а установка модулятора на выходе магнито-модуляционного датчика, либо полосового усилителя, существенно увеличивает уровень шумов схемы. Источником коммутирующего напряжения (ИКН) служит сеть. При работе модулятора возникает побочный эффект, заключающийся в том, что если внутри блока датчика существует остаточное постоянное поле, то модулирование постоянной составляющей э. д. с. на выходе синхронного детектора (СД), пропорциональной этому полю, создает 50-герцовую помеху, аналогично переменному полю печи, исключающую возможность стабильной работы прибора. Постоянное магнитное поле внутри блока датчика обуславливается не снятой экранами частью геомагнитного поля, намагниченностью термонапы и нихромовой обмотки нагревателя, намагниченностью экранов. Для устранения магнитной помехи в схему введен автокомпенсатор, состоящий из усилителя низкой частоты (УНЧ₂), демодулятора (ДМ) и компенсационных катушек. 50-герцовый сигнал, пропорциональный полю-помехе, усиливается усилителями УНЧ₁ и УНЧ₂, демодулируется 50-герцовым демодулятором и питает катушки, установленные рядом с феррозондом, соосно с последним, и создающие поле, направленное противоположно полю-помехе.

Совершенно очевидно, что непрерывная регистрация скорости изменения намагниченности образца в процессе его нагревания, позволяет существенным образом увеличить разрешающую способность установки по отношению к слабым магнитным эффектам. Сигнал, пропорциональный $\frac{dI_r}{dT}$, создается путем дифференцирования выходного напряжения магнитометра (пропорционального величине I_r) с помощью RC цепочек и последующего усиления усилителем постоянного тока (блок Д).

В качестве блока нагревов используется тиристорный линейный терморегулятор, описанный в первой части работы. Скорость нагревания образца составляет 50°/мин., нагрев производится до 750°С. Регистрация результатов измерений (значений I_r или

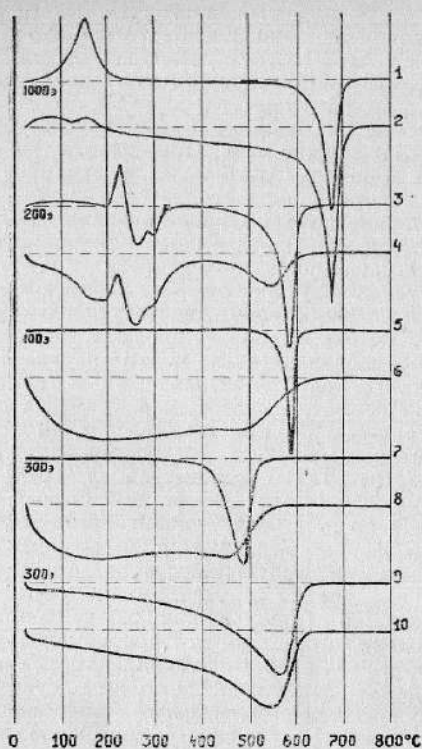


Рис. 115. Кривые $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ (нечетные номера) и $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ (четные номера).

1, 2 — чешуйчатый гематит; 3, 4 — пирротин (Хибинь); 5, 6 — монокристалл магнетита; 7, 8 — образец с титаномагнетитом (Камчатка); 9, 10 — миксаламагнетит (Урал).

$\frac{\partial I_s}{\partial T}$) производится двухкоординатным самописцем ПДС-021М. Термоманометр сконструирован с магнитными весами в единую установку термоманометрического анализа. Затраты времени на производство одного анализа (включая время на охлаждение печи и на все подготовительные операции) не превышают 25 минут.

Основными факторами, искажающими исследуемую зависимость величины намагниченности образца от его температуры (как и в случае магнитных весов), являются тепловые эффекты, различие образцов по теплоемкости и теплопроводности и инерционность измерительной аппаратуры.

Кроме того, поскольку дифференцирование производится по времени, нелинейность режима нагревания создает дополнительные искажения дифференциальной записи и поэтому должна быть минимальной.

На рис. 115 приведен ряд кривых ДТМА, полученных с помощью термоманометра, работающего в режиме непрерывной записи величины $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}$ и с помощью магнитных весов $(\frac{\partial I_s}{\partial T})^1$. Выше уже был описан характер температурного поведения индуцированной намагниченности образца гематита, точка Мори на которого растягивается до температур 100—150°С. Как видно по кривой 2, в интервале температур 20—150°С происходит увеличение также и остаточной намагниченности насыщения этого образца. Следует заметить также, что зависимость $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ фиксирует λ-пик пирротина немного менее четко, чем зависимость $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ (кривые 3—4). При работе с относительно хорошо кристаллически выраженными магнетитами и титаномагнетитами кривые $I_{rs}(T)$ теряют основные диагностические признаки. Температуру Кюри практически невозможно определить не только по интегральной, но и по дифференциальной

¹ Из соображений удобства обозначение I_s сохраняется и в тех случаях, когда поля меньше насыщающих.

записи. Интенсивный спад остаточной намагниченности образцов начинается сразу же после включения нагревателя и размазывается на широкий интервал температур (рис. 115, кривые 6, 8). Тонкодисперсные магнетиты и титаномагнетиты (вероятно, мало-доменные образования) дают достаточно четкие пики $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}$ (перегибы кривых I_{rs}), но и они соответствуют чаще не точкам Кюри, а блокирующим температурам (рис. 115, кривые 9, 10). Из сказанного можно сделать заключение об относительно малой пригодности кривых $I_{rs}(T)$ для целей диагностики ферромагнитных минералов. О несомненном преимуществе дифференциальной записи перед записью интегральных кривых свидетельствуют, например, кривые 1—4 (рис. 115). Подобные особенности магнитного поведения минералов при нагревании (дуплеты пиков, соответствующих точке Морина гематита и точкам Кюри пирротина) невозможно выявить на интегральных кривых, полученных не только при точечной системе регистрации, но и при непрерывной записи.

Имеется возможность заметного увеличения информативности кривых $I_{rs}(T)$ и $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$, заключающаяся

в частичном размагничивании переменным магнитным полем предварительно насыщенных образцов. Переменное магнитное поле снимает низкоэрцитивную (и, как правило, обладающую низкими блокирующими температурами) часть остаточной намагниченности насыщения. Корытообразные, невыразительные кривые трансформируются таким образом в кривые с достаточно четкими пиками (рис. 116, кривые 2, 3). В этом одновременно заключается и путь к сопоставлению коэрцитивного спектра образцов горных пород со спектром блокирующих температур I_{rs} (рис. 116, кривые 4—6).

Заметно более информативными и более близкими к кривым $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$, $I_s(T)$ оказываются зависимости, полученные при температурном исследовании естественной остаточной намагниченности изучаемых образцов $\frac{\partial I_n}{\partial T}(T)$. Большой интерес представляет сопо-

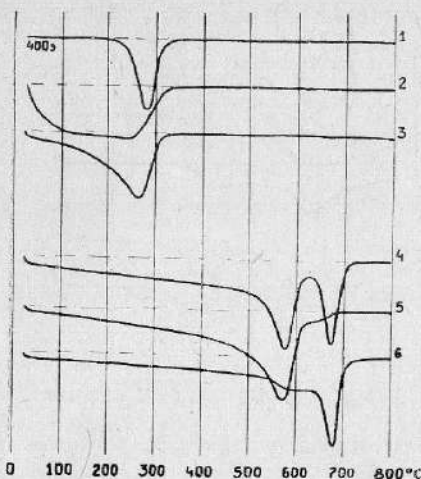


Рис. 116. Кривые ДТМА образца с титаномагнетитом (Камчатка).

1 — кривая $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$; 2 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$; 3 — кривая $\frac{\partial I_n}{\partial T}(T)$ образца, намагниченного в поле 1000 э и затем размагниченного переменным полем 500 э.

Кривые ДТМА образца железистого кварцита.

4 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$; 5 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ образца, намагниченного в поле 1000 э; 6 — кривая $\frac{\partial I_n}{\partial T}(T)$ образца, намагниченного в поле 20 000 э и затем частично размагниченного переменным магнитным полем 800 э.

ставление коэрцитивного спектра естественной остаточной намагниченности со спектром ее блокирующих температур, но чувствительность термомагнитометра позволяет сделать это далеко не для всех образцов пород. На рис. 117 приведена серия кривых ДТМА для образца, содержащего титаномагнетиты. Зависимость $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ документирует наличие 4-магнитных фаз, по кривым же $\frac{\partial I_n}{\partial T}(T)$, $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ можно обнаружить лишь две преобладающие.

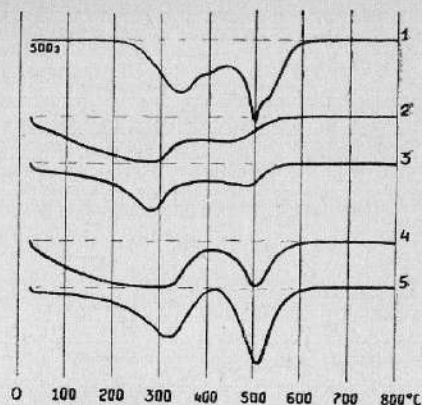


Рис. 117. Кривые ДТМА образца с титаномагнетитами (Камчатка).

1 — кривая $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$; 2 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$; 3 — кривая $\frac{\partial I_r}{\partial T}(T)$ образца, намагниченного в поле 300 э и затем частично размагниченного переменным магнитным полем 500 э; 4 — кривая $\frac{\partial I_n}{\partial T}(T)$; 5 — кривая $\frac{\partial I_r}{\partial T}(T)$ образца, частично размагниченного переменным полем 500 э.

Особенности температурного поведения намагниченности некоторых маггемитсодержащих горных пород

При ДТМА некоторых образцов уральских эффузивов во многих случаях был отмечен 180-градусный эффект, связанный с маггемитом. Эффект устойчиво повторяется от образца к образцу, его температурное положение при постоянной скорости нагревания также неизменно. На кривых $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ отмечается увеличение намагниченности пробы в интервале 100—220° С. Максимальной скорости процесс достигает при температуре 180° С. При дальнейшем нагревании образца в интервале 350—500° С происходит спад намагниченности, свя-

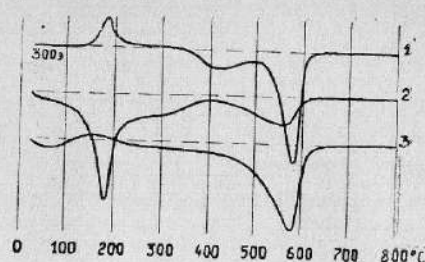


Рис. 118. Кривые ДТМА диабазового миндалекаменного порфирита (Урал).

1 — кривая $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$; 2 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$; 3 — кривая $\frac{\partial I_n}{\partial T}(T)$.

занный с переходом $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$, и затем интенсивным пиком отбивается точка Кюри магнетита (рис. 118, кривая 1). Кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ фиксирует в области 100—220° С спад основной части I_{rs} (рис. 118, кривая 2). Далее регистрируется спектр блокирующих температур магнетита и слабый пик, соответствующий его точке Кюри. На долю магнетита приходится не более 15—20% I_{rs} . Эффект, соответствующий переходу маггемита в гематит, на кривой отсутствует. 180-градусный эффект при обоих видах анализа необратим. Кратковременный нагрев до 200° С приводит к полному его исчезновению. Величина положительного пика $\frac{\partial I_s}{\partial T}$ оказывается зависимой от напряженности магнитного поля, в котором производится измерение. Уменьшение поля определяет резкое возрастание всплеска намагниченности при 180° С, увеличение поля свыше 700—1000 эрстед приводит к резкому его уменьшению. Предварительно намагнитив пробу обратным полем 1000—1500 э и приводя измерение в прямом поле относительно небольшой напряженности (200—500 э), можно добиться резкого усиления эффекта (рис. 119). Магнитные эффекты, свя-

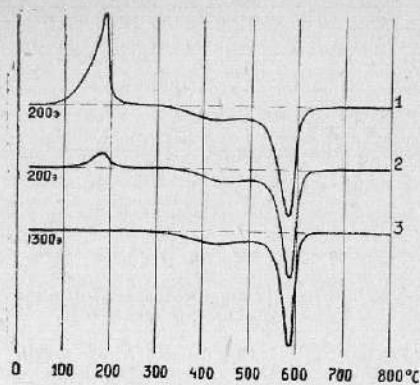


Рис. 119. Кривые $\frac{dI_s}{dT}(T)$ диабазового мин-далекаменного порфирита.

1 — образец предварительно намагничен в обратном поле 1300 э; 2, 3 — кривые получены без предварительного намагничивания образца.

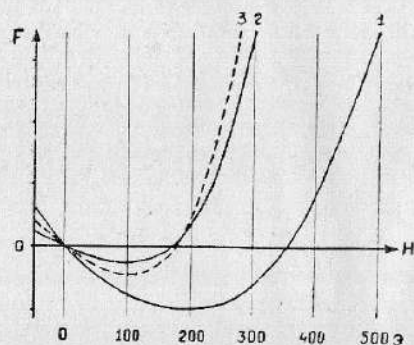


Рис. 120. Кривые намагничивания, полученные с помощью магнитных весов.

1 — при 20° С; 2 — при 250° С; 3 — при 20° С после прогрева при 250° С.

занные с переходом маггемит → гематит и с точкой Кюри магнетита, от напряженности поля зависят слабо. На рис. 120 представлены кривые намагничивания, полученные с помощью магнитных весов (образец предварительно намагничивался в поле 1500 э, затем поляриность электромагнита изменялась и включался механизм линейного увеличения напряженности поля). Поскольку величина измеряемой пондеромоторной силы находится в квадратичной зависимости от поля, кривые намагничивания имеют параболический вид (рис. 17) и могут использоваться лишь для определения коэрцитивной силы [61]. По кривым можно видеть резкое уменьшение коэрцитивной силы при нагревании образца свыше 200° С.

На кривых дифференциального термического анализа (ДТА) осадочных пород при температурах 150—200° С часто наблюдается сильный эндоэффект, обусловленный высвобождением воды, занимающей промежуточное положение между адсорбционной и связанной в кристаллической решетке многих гипергенных минералов [47]. Все изучаемые нами образцы уральских эффузивов несут на себе заметные следы выветривания. Не исключено, что в процессе выветривания породы магнетит частично окисляется до гидромаггемита. При нагревании до 200° С гидромаггемит теряет воду и превращается в маггемит. В процессе потери воды происходит уменьшение коэрцитивной силы, сопровождающееся увеличением намагниченности (на кривых I_s) и потерей существенной доли I_{rs} . На кривой зависимости $\frac{dI_s}{dT}(T)$ наблюдается подъем естественной остаточной намагниченности в интервале температур 100—200° С, отсутствие 400—500-градусного маггемита и пик в точке Кюри магнетита (рис. 118, кривая 3). Это может служить дополнительным указанием на вторичную природу минерала, обуславливающего низкотемпературный магнитный эффект. Пленки и прожилки гидромаггемита на зернах магнетита, вероятно, замыкают на себя часть магнитного потока, вследствие чего является падение естественной остаточной намагниченности в изотермических условиях и ее заметное увеличение при нагревании свыше 200° С.

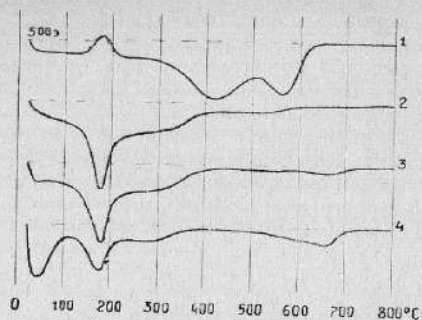


Рис. 121. Кривые ДТМА по двум образцам красноцветных глин (обн. Красная Горка).

1 — кривая $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ (обр. 1); 2 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ (обр. 1); 3 — кривая $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ (обр. 2); 4 — кривая $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ (обр. 2, намагниченного в поле 23 000 э и затем частично размагниченного переменным полем 800 э.

В литературе процесс перехода $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ относится разными авторами к различным температурным интервалам. Вероятно, эти расхождения отчасти можно объяснить существованием гидромагнетита в исследуемых породах и различными методами его диагностики (изучение зависимостей I_s или $I_{rs}(T)$).

Описанный низкотемпературный эффект не уникален, он нередко встречается при термоманитном анализе гранитов, диоритов, и, что особенно интересно, характерен для значительной части красноцветных пород перми и нижнего триаса Среднего Поволжья. Температурное положение эффекта в осадочных породах сохраняется (180°С), сам процесс протекает аналогично описанному выше. Отличительной чертой красноцветных пород является относительно меньшая роль магнетита. На кривых $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$

выявляется лишь спектр блокирующих температур магнетита без пика в точке Кюри, а для многих образцов намечается слабый спад I_{rs} в районе 600—

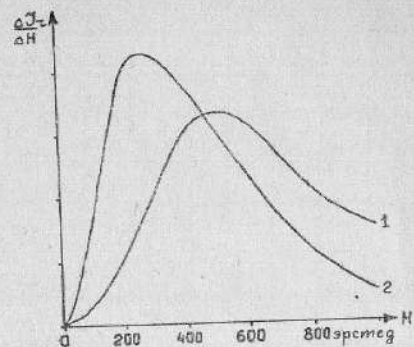


Рис. 122. Коэрцитивные спектры нормального намагничивания образца глинистого песчаника (обн. Газево).

1 — до прогрева; 2 — после прогрева при 250°С.

700°С, обусловленный гематитом и в интервале 20—100°С — гетитом (рис. 121). Размагничивание образца, намагниченного в поле 20 000 э переменным магнитным полем 1000 э, приводит к резкому падению величины I_{rs} образца и заметному относительному возрастанию амплитуды пиков в точках Кюри гетита и гематита (рис. 121, кривые 3, 4). Вероятно, в процессе превращения гидромагнетита в магнетит зерна последнего сохраняют часть начальной I_{rs} образца, и спад намагниченности в интервале 250—450°С представляет собой спектр блокирующих температур новообразования (как и в случае уральских эффузивов). Поскольку измерение коэрцитивной силы образцов осадочных пород на магнитных весах как правило нецелесообразно (из-за сильного маскирующего эффекта суперпарамагнитной части пробы), были сняты коэрцитивные спектры нормального намагничивания при комнатной температуре до и после прогрева образцов при 200°С. Прогрев, как это можно видеть по рис. 122, приводит к существенному смещению максимума коэрцитивного спектра в область малых полей, т. е. точно так же, как и в случае образцов эффузивов.

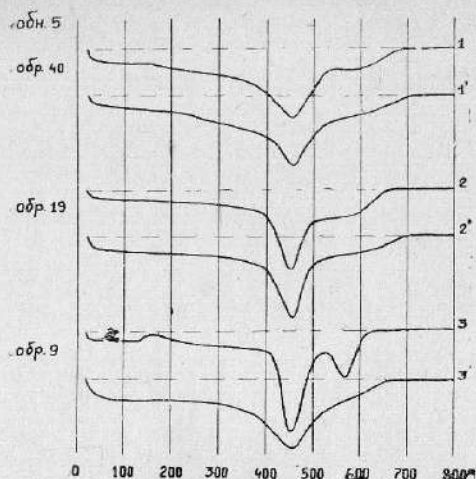


Рис. 123. Кривые $\frac{\partial I_s}{\partial T}(T)$ (1, 2, 3) и $\frac{\partial I_{rs}}{\partial T}(T)$ (1', 2', 3') по образцам красноцветных глин.

Необходимо также отметить, что среди образцов красноцветов перми и триаса встречается немало таких, в которых отмечается лишь „высокотемпературный“ маггемит (с температурой $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ превращения 400–500° С, рис. 123), причем породы с тем или иным типом эффекта распределены по разрезу не случайным образом, а, несомненно, в связи с своеобразием условий осадкообразования. Говорить об этом более определенно не позволяет пока недостаток фактического материала.

„Гидромаггемитовое“ объяснение описанных магнитных превращений представляется на данном этапе исследования наиболее простым и достоверным.

ЛИТЕРАТУРА

1. Алыпova О. М. Терромагнитные исследования молодых вулканических пород Камчатки и некоторые закономерности изменения магнитных характеристик в зависимости от состава пород и условий их образования. Автореф. канд. дисс., МГУ, 1969.
2. Анатольева А. И. Домезозойские красноцветные формации. Тр. ин-та геол. и геофиз. Сибирского отд. АН СССР, вып. 190. Новосибирск, „Наука“, 1972.
3. Ангсгерер Э. Техника физического эксперимента. М., Физматгиз, 1962.
4. Афанасьев Ю. В., Студенцов Н. В., Шелкин А. П. Магнитометрические преобразователи, приборы, установки. Л., „Энергия“, 1972.
5. Ацюковский В. А. Емкостные преобразователи перемещений. М.—Л., „Энергия“, 1966.
6. Багин В. И., Рыбак Р. С. К вопросу о температурных превращениях сидерита.—Сб.: Магнетизм горных пород и палеомагнетизм, 1968. М., ИФЗ АН СССР, 1969.
7. Багин В. И., Бродская С. Ю., Петрова Г. Н., Петерский Д. М. Обработка терромагнитных результатов.—Сб.: Магнетизм горных пород и палеомагнетизм, ч. 2. М., ИФЗ АН СССР, 1970.
8. Багин В. И., Гендлер Г. С., Рыбак Р. С. Превращения сидерита при нагреве в воздухе.—Сб.: Магнетизм горных пород и палеомагнетизм, ч. 2. М., ИФЗ АН СССР, 1970.
9. Багин В. И., Гендлер Г. С., Кузьмин Р. Н., Рыбак Р. С., Уразаева Т. К. О слабом ферромагнетизме природных гидрогетитов.—Физика Земли, 1976, № 5.
10. Багин В. И., Гендлер Г. С., Дайняк Л. Г., Сухограда А. В. Температурные превращения в биотите.—Физика Земли, 1976, № 12.
11. Багина О. А., Карпова О. В., Лившиц Л. Д., Петрова Г. Н. Влияние высоких давлений и температур на твердые растворы магнит-ульвошпинель.—Сб.: Магнетизм горных пород и палеомагнетизм, 1968. М., ИФЗ АН СССР, 1969.
12. Берг Л. Г. Введение в термографию. Изд. 2-е, М., „Наука“, 1969.
13. Белоконь В. И., Кочегура В. В., Шолпо Л. Е. Методы палеомагнитных исследований горных пород. Л., „Недра“, 1973.
14. Блом Г. И. Погребенные полигорскитовые почвы в нижнетриасовых отложениях Московской синеклизы.—ДАН СССР, т. 194, № 2, 1970.

15. Блом Г. И. Фации и палеогеография Московской, снеж-
лизы и Волжско-Камской антеклизы в раннетриасовую эпоху.
Казань, Изд-во Казан. ун-та, 1972.
16. Блумфильд К. Подвижность железа в почвах. — Науки
о Земле. Проблема палеоклиматологии, т. 6. М., "Мир", 1968.
17. Боронин В. П., Буров Б. В., Петров П. П. Магнит-
ные свойства и палеомагнетизм уфимских и казанских отложений
верхней перми. — Сб.: Аппаратура, методика и интерпретация
геофизических наблюдений, вып. 4. Казань, Изд-во Казан. ун-та,
1970.
18. Боронин В. П., Буров Б. В. К вопросу об orienta-
ционной намагниченности на примере континентальных казанских
образований верхней перми Прикамья. — Сб.: Аппаратура, мето-
дика и интерпретация геофизических наблюдений, вып. 6. Казань,
Изд-во Казан. ун-та, 1974.
19. Бродская С. Ю., Ветошкин И. Д., Жерденко О. Н.
Связь магнитных свойств пирротинов с составом. — Сб.: Магнетизм
горных пород и палеомагнетизм, ч. 2. М., ИФЗ АН СССР,
1970.
20. Бродская С. Ю., Кузьмичева Е. В., Кузнецов
Г. П., Варламов В. А. Магнитные свойства пирротинов и
условия формирования Холоднинского месторождения. — "Физика
Земли", 1976, № 6.
21. Бродская С. Ю., Зайцева Г. М. Магнитные свой-
ства гематитов с низкими точками Кюри. — "Физика Земли",
1976, № 3.
22. Буров Б. В. Автоматизация терромагнитных измерений. —
Сб.: Аппаратура, методика и интерпретация геофизических на-
блюдений, вып. 5. Казань, Изд-во Казан. ун-та, 1971.
23. Буров Б. В., Берг Л. Е., Шляпкина Е. Н. Терми-
ческое поведение пирита в температурном интервале 200—600° С. —
Сб.: Физика минералов, вып. III. Казань, Изд-во Казан. ун-та,
1971.
24. Буров Б. В. Дифференциальный терромагнитный анализ
железистых минералов. Материалы IX конференции по вопросам
постоянного геомагнитного поля, магнетизма горных пород и па-
леомагнетизма, ч. 2. Баку, 1973.
25. Бураков К. С. Терромагнитометр. — "Физика Земли",
1977, № 5.
26. Ван-Хутен Ф. Б. Некоторые нерешенные проблемы ге-
незиса красноцветов. — Науки о Земле. Проблемы палеоклимато-
логии, т. 6. М., "Мир", 1968.
27. Ветошкин И. Д., Жерденко О. Н. Особенности
магнитных свойств и химического состава некоторых природных
пирротинов. — Сб.: Магнетизм горных пород и палеомагнетизм,
ч. 2. М., ИФЗ АН СССР, 1970.
28. Власов А. Я., Коваленко Г. В., Чихачев В. А.
Температурные фазовые и магнитные превращения гидроокиси
железа. — "Физика Земли", 1967, № 10.
29. Власов А. Я., Коваленко Г. В., Чихачев В. А.
Суперпарамагнетизм FeOОН. — "Физика Земли", 1967, № 7.
30. Власов А. Я., Рукосуев М. Н. Структурные иссле-
дования температурного фазового превращения искусственной

6-1097 6.01.07
11 — 172/102
— 9.03.08
— 12.04.07
— 6.05.08