

ПРОГРАММНО-АППАРАТНЫЙ КОМПЛЕКС ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ДЕТЕКТОРА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТА MUSUN

К. А. ИВШИН¹, П. А. КРАВЦОВ¹, В. А. ТРОФИМОВ¹, С. С. КИСЕЛЁВ²

¹ НИЦ „Курчатовский институт“ — Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова,
188300, Гатчина, Ленинградская обл., Россия
E-mail: KuzmaIvshin@gmail.com

² Университет ИТМО, 197101, Санкт-Петербург, Россия

Представлены основные технические и методологические решения, использованные в международном ядерно-физическом эксперименте MuSun для измерения концентрации химических примесей в водороде. Рассмотрены способы повышения чувствительности измерений как с помощью изменения методики взятия пробы, так и посредством модификации аппаратного комплекса хроматографа. На основе проведенных исследований выполнены измерения содержания атмосферных примесей в водороде на уровне до 1 ppb (part per billion).

Ключевые слова: сверхчистый водород, хроматография, метод накопления примесей, предусилитель

Международный ядерно-физический эксперимент MuSun [1] направлен на исследование процесса захвата отрицательного мюона ядром дейтерия. Одним из основных источников систематической погрешности эксперимента является наличие в дейтерии примесей других газов [2]. Дифференциальные детекторы теплопроводности (ДТП), применяемые в газовых хроматографах, позволяют производить анализ содержания широкого спектра примесей в исследуемом веществе [3, 4]. Применение оснащенного ДТП хроматографа в эксперименте MuSun оказалось наиболее эффективным решением задачи анализа чистоты рабочего газа (дейтерия) на наличие следов азота и кислорода на уровне 10^{-9} мольной доли и ниже (1 ppb — parts per billion). Для обеспечения столь высокой чувствительности были проведены исследования по двум направлениям: разработана методика предварительного накопления примеси из большого объема пробы и усовершенствована электроника хроматографической установки.

В настоящей статье описываются системы электронного усиления и записи сигнала ДТП, построенные на современной элементной базе. Разработка выполнена в Лаборатории криогенной и сверхпроводящей техники (ЛКСТ) Петербургского института ядерной физики им. Б. П. Константинова.

Базовое устройство газоаналитической установки — серийный хроматограф ЛХМ-8М. Выходной сигнал его ДТП имеет диапазон ± 100 мВ. Концентрация примеси величиной 1 ppm (parts per million) в исследуемой пробе соответствует сигналу детектора амплитудой 1 мкВ. Для использования типового аналого-цифрового преобразователя с диапазоном ± 5 В требуется усилитель сигнала с коэффициентом усиления 10^4 и очень низким уровнем шумов. Для минимизации шумов, связанных с подачей низковольтного питания, конструктивно блок питания усилителя и сам усилитель установлены в едином корпусе. Подавление синфазной составляющей входного сигнала обеспечивается посредством двухзвенного LC+RC-фильтра и параметрами измерительного усилителя AD524С. Коэффициент подавления шумов при используемом усилении 1000 составляет 120 дБ [5]. Питание усилителя осуществлялось от стабилизаторов типа LM317, LM337 через RC-цепочки, что также позволяет сократить влияние шумов источника питания на измерения.

Поскольку концентрация примеси заранее неизвестна, трудно достичь высокой точности измерения при большом динамическом диапазоне, используя единственный канал аналого-цифрового преобразователя. Для расширения динамического диапазона в системе предусмотрены несколько параллельных каналов измерения с различными коэффициентами усиления. При такой схеме аналоговый сигнал ДТП буферизуется предусилителем и распределяется на четыре канала усилителя с различными коэффициентами: 1, 4, 8, 16. Далее все сигналы измеряются 4-канальным блоком аналого-цифрового преобразователя. Оптимальный измерительный канал выбирается в процессе анализа исходя из амплитуды измеряемого сигнала и соотношения сигнал/шум. Для наименьшей измеряемой концентрации это, как правило, канал с наибольшим коэффициентом усиления.

Изменение сигнала ДТП — относительно медленный процесс. С учетом этого используется входной фильтр, подавляющий частоты более 10 Гц. Поскольку собственная схема ДТП построена по принципу уравновешенного моста, вход усилителя должен быть дифференциальным. Параметры усилителя выбираются таким образом, чтобы дрейф опорного напряжения не превышал 1 мкВ/К, а эквивалентный входной шум в диапазоне 0—10 Гц был менее 1 мкВ.

Предлагаемый предусилитель построен на микросхеме Analog Devices AD524C [5], которая удовлетворяет перечисленным требованиям. Особенностью этого инструментального усилителя является набор коэффициентов усиления (1, 10, 100, 1000). Выходной сигнал поступает на малозумящие высокоточные операционные усилители OP177 [6] с коэффициентами усиления 1, 4, 8, 16. Эквивалентный шум, приведенный ко входу, для всего усилительного тракта при наибольшем возможном коэффициенте усиления, равном 16 000, составляет 0,7 мкВ.

Сигнал оцифровывается блоком DAQ32 [7], который активно применяется для автоматизации различных установок, создаваемых в ЛКСТ. Этот микроконтроллерный блок характеризуется разнообразными способами использования и режимами работы.

Специально разработанная программа для микроконтроллера обеспечивает периодические измерения с интервалом $0,02 \dots 30 \pm 0,5$ мс. Блок аналого-цифрового преобразования обрабатывает все четыре канала параллельно, используя 16-разрядный АЦП в режиме ± 5 В с точностью 0,5 мВ. Разработанное программное обеспечение для персонального компьютера позволяет осуществлять чтение хроматографических данных из микроконтроллерного блока и их представление в виде графика, а также производить первичную математическую обработку. Полученные хроматограммы сохраняются в базе данных для последующего анализа.

Структурная схема хроматографического аппарата представлена на рис. 1; типичная хроматограмма водорода с примесью азота 2,5 ррб, полученная с помощью описанного устройства, приведена на рис. 2.

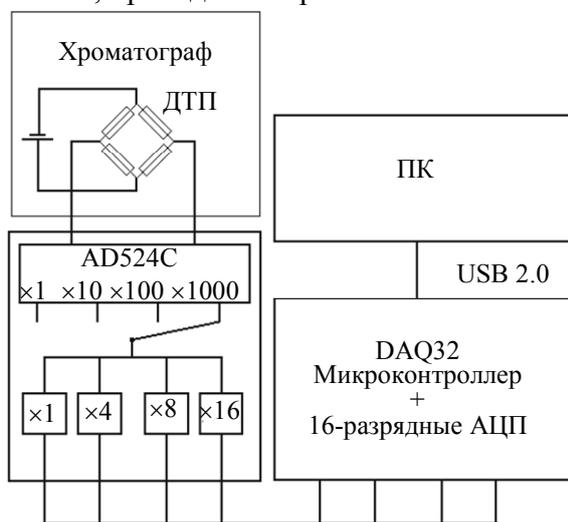


Рис. 1

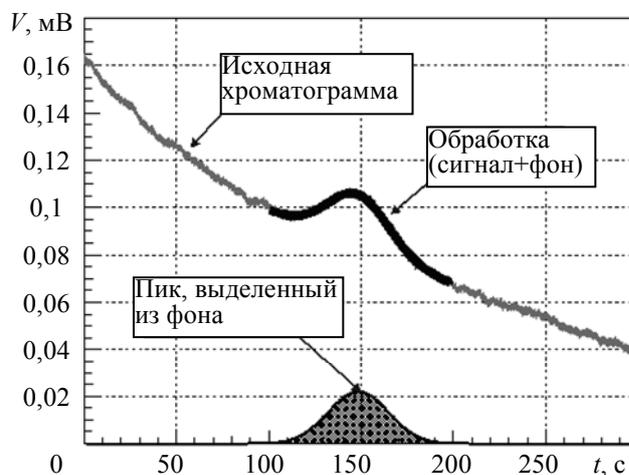


Рис. 2

Разработанное устройство было успешно применено для анализа следовых примесей азота и кислорода в дейтерии в рамках ядерно-физического эксперимента MuSun. Модернизация считывающей электроники хроматографа наряду с использованием методики предварительного накопления примесей позволяет обеспечить надежное измерение концентрации примеси на уровне 1 ppb и менее. Результаты применения устройства были подтверждены его специальной калибровкой и физическими данными эксперимента. К настоящему времени в эксперименте MuSun закончен основной этап набора данных и проводится их обработка. Ожидается, что комплекс мер по созданию оптимальных условий проведения эксперимента позволит уменьшить погрешность измерения скорости захвата отрицательного мюона дейтроном в 6—7 раз.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kammel P. MuSun Experiment. Muon Capture on the Deuteron. Villigen: PSI BVR, 2015. 22 p.
2. Andreev V. A. et al., Muon Capture on the Deuteron — the MuSun Experiment: arXiv:1004.1754 [Электронный ресурс]: <<https://arxiv.org/abs/1004.1754>>.
3. Modern Practice of Gas Chromatography / Ed. R. L. Grob, E. F. Barry. John Wiley & Sons, 2004. P. 289.
4. Золотов Ю. А., Дорохова Е. Н., Фадеева В. И. Основы аналитической химии: Учебник для вузов. М.: Высшая школа, 2000. Кн. 1. 352 с.
5. Analog Devices Inc. AD524 Precision Instrumentation Amplifier Data Sheet (Rev. F). 2007. 28 p. [Электронный ресурс]: <<http://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/AD524.pdf>>.
6. Analog Devices Inc. Ultraprecision Operational Amplifier OP177. (Rev. H). 2016. 17 p. [Электронный ресурс]: <<http://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/OP177.pdf>>.
7. Multi-Channel Measuring Instrument for Slow Control Systems / P. Kravtsov, V. Trofimov. Gatchina. 2007. Preprint PNPI-2723.

Сведения об авторах

- Кузьма Александрович Ившин** — НИЦ „Курчатовский институт“ — Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; мл. научный сотрудник; E-mail: KuzmaIvshin@gmail.com
- Пётр Андреевич Кравцов** — канд. физ.-мат. наук; НИЦ „Курчатовский институт“ — Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; ст. научный сотрудник; E-mail: pkravt@gmail.com
- Виктор Алексеевич Трофимов** — канд. физ.-мат. наук; НИЦ „Курчатовский институт“ — Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; ст. научный сотрудник; E-mail: VTrofimov@gmail.com
- Сергей Степанович Киселёв** — канд. техн. наук; Университет ИТМО, кафедра световодной фотоники; E-mail: kss212@mail.ru

Рекомендована кафедрой
световодной фотоники НИУ ИТМО

Поступила в редакцию
07.06.17 г.

Ссылка для цитирования: Ившин К. А., Кравцов П. А., Трофимов В. А., Киселёв С. С. Программно-аппаратный комплекс хроматографического детектора теплопроводности для эксперимента MuSun // Изв. вузов. Приборостроение. 2017. Т. 60, № 11. С. 1088—1091.

**HARDWARE AND SOFTWARE SYSTEM
FOR CHROMATOGRAPHIC DETECTOR OF THERMAL CONDUCTIVITY IN THE MUSUN EXPERIMENT****K. A. Ivshin¹, P. A. Kravtsov¹, V. A. Trofimov¹, S. S. Kiselev²**

¹ NRC „Kurchatov Institute“ — Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute,
188300, Gatchina, Leningrad region, Russia
E-mail: Kuzmalvshin@gmail.com

² ITMO University, 197101, St. Petersburg, Russia

Basic technical and methodical approaches to the problem of chemical impurities measurements in hydrogen are described. Two ways of increasing sensitivity have been developed in the international nuclear experiment MuSun. The first one is a modification of the sampling procedure. The second one is improvement of the measurement system based on a chromatograph. These techniques provide precise measurements of the atmospheric impurities concentration in hydrogen at the level of 1ppb (part per billion).

Keywords: ultrapure hydrogen, chromatography, impurity concentration method, preamplifier

Data on authors

- | | | |
|---------------------------|---|---|
| Kuzma A. Ivshin | — | NRC „Kurchatov Institute“ — Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute; Junior Scientist; E-mail: Kuzmalvshin@gmail.com |
| Peter A. Kravtsov | — | PhD; NRC „Kurchatov Institute“ — Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute; Senior Scientist; E-mail: pkravt@gmail.com |
| Victor A. Trofimov | — | PhD; NRC „Kurchatov Institute“ — Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute; Senior Scientist; E-mail: VTrofimov@gmail.com |
| Sergey S. Kiselev | — | PhD; ITMO University, Department of Light-Guided Photonics; E-mail: kss212@mail.ru |

For citation: Ivshin K. A., Kravtsov P. A., Trofimov V. A., Kiselev S. S. Hardware and software system for chromatographic detector of thermal conductivity in the MuSun experiment. *Journal of Instrument Engineering*. 2017. Vol. 60, N 11. P. 1088—1091 (in Russian).

DOI: 10.17586/0021-3454-2017-60-11-1088-1091