

Автоматизация управления разверткой масс-спектрометра для изотопно-химического анализа легких газов. Ефис Ю. М., Масленников А. И., Ненарокова В. Т., Соколов Б. Н. — В кн.: Научное приборостроение, Л., «Наука», 1983, с. 132—137.

В статье рассматриваются способы стабилизации и управления разверткой магнитного поля в режимах изотопного и химического анализа для статического масс-спектрометра. Определены основные требования, предъявляемые к системе магнитной развертки для анализа изотопов легких газов. Рассматривается способ автоматической настройки магнитного поля на пик и подстройка на середину вершины пика. Приведен обзор современных способов стабилизации и управления разверткой магнитного поля. Способ магнитной развертки с применением катушки обратной связи иллюстрируется структурной схемой устройства и основными расчетными соотношениями. Система магнитной развертки, примененная в масс-спектрометре МИ3305 для изотопно-химического анализа, включает канал питания электромагнита, прецизионные цифровые генераторы напряжения и таймер, управляемые ЭВМ. Лит. — 8 назв., ил. — 4.

АВТОМАТИЗАЦИЯ УПРАВЛЕНИЯ РАЗВЕРТКОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ДЛЯ ИЗОТОПНО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ЛЕГКИХ ГАЗОВ

Масс-спектрометры для изотопного анализа газов в настоящее время способны производить измерения изотопных отношений и изотопных распространенностей с высокой точностью (0.01—0.02%). Однако в ряде случаев такая точность анализа является труднодостижимой, например при изотопном анализе водорода, гелия и других легких газов. Трудности в этом случае связаны с необходимостью достижения высокого уровня стабилизации магнитного поля при малых величинах потока магнитной индукции, с большим относительным диапазоном измеряемых масс, с необходимостью разделения мультиплетов при изотопном анализе и необходимостью обнаружения мешающих примесей (химический анализ).

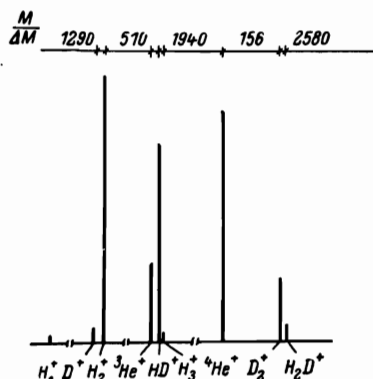
Таким образом, в масс-спектрометрах для изотопного и химического анализа легких газов как система стабилизации магнитного поля, так и система управления разверткой по массам должны по ряду параметров отличаться от аналогичных систем в других изотопных масс-спектрометрах. В настоящей статье описываются система стабилизации магнитного поля и система автоматизированного управления разверткой от ЭВМ, примененные в масс-спектрометре для анализа легких газов, разработанном в Научно-техническом объединении АН СССР.

Выбор системы развертки был обусловлен особенностями изотопного анализа водородно-гелиевых смесей и химического анализа в газах при содержании определяемого компонента до 80 а. е. м. Для таких условий развертка по электрическому полю оказывается непригодной даже при условии уменьшения дискриминаций по массам [1], так как относительный диапазон изменения масс чрезвычайно широк и составляет $\Delta M/M=400\%$ для изотопного анализа и $\Delta M/M=80\%$ для химического анализа, а погрешность анализа не должна превышать 0.1%. Однако даже при развертке по магнитному полю известные способы непрерывной или дискретной развертки оказываются непригодными.

При непрерывной развертке, осуществляемой обычно по экспоненциальному закону, полезное время получения информации об интенсивности пиков составляет лишь малую часть общего времени анализа. Так, расчет показал, что при разрешающей способности 2500 и погрешности анализа 0.1% время развертки в непрерывном режиме составляет в диапазоне масс 1—10 а. е. м. $\sim 3 \cdot 10^4$ с. Очевидно, такой способ является неприемлемым, хотя позволяет провести автоматическое обнаружение и идентификацию линий масс-спектра, что является весьма существенным для работы прибора в автоматическом режиме.

При дискретной развертке время получения информации приближается к полному времени анализа и практически лимитируется длительностью переходных процессов в электромагните и электрометрическом усилителе постоянного тока. С учетом этих процессов время развертки может быть доведено до 100 с. Малое время анализа имеет значительное преимущество для уменьшения изотопного фракционирования в процессе анализа и, следовательно, для повышения точ-

Рис. 1. Условный участок масс-спектра водородно-гелиевой смеси.



ности измерений. Однако оценка требуемой длительности стабильности магнитного поля, необходимой для дискретной развертки, показала неприемлемость такого стандартного решения. На рис. 1 показан участок масс-спектра водородно-гелиевой смеси, из которого видно, что изотопный анализ необходимо проводить при разрешающей способности $R \approx 2500$. Ширина плоской части пика при такой разрешающей способности составляет $\Delta M/M \leq 1 \cdot 10^{-4}$, т. е. долговременная стабильность (~ 30 мин) магнитного поля, определенная из уравнения

$$\left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2 = \left(\frac{\Delta U}{U}\right)^2 + \left(2 \frac{\Delta H}{H}\right)^2,$$

должна быть не менее $(1-2) \cdot 10^{-5}$, что при малой напряженности магнитного поля $H < 1000$ Э в настоящее время труднодостижимо. Кроме того, при дискретной развертке невозможно автоматизировать процесс анализа с идентификацией линий масс-спектра.

При анализе примесей в диапазоне 10—80 а. е. м. целесообразно применить непрерывную развертку с использованием в качестве детектора ионов электронного умножителя. Относительная малая точность анализа примесей ($0.01 \pm 0.01\%$) и малая постоянная времени канала измерения ионного тока с электронным умножителем позволяют провести анализ примесей за вполне допустимое время ~ 100 с.

Анализ различных способов разверток показал, что в описываемом масс-спектрометре целесообразно следующее:

- осуществлять развертку по массам изменением магнитного поля линейно во времени;
- изотопный анализ проводить в режиме дискретной развертки с использованием в качестве детектора ионов коллектора;
- химический анализ проводить в режиме непрерывной развертки с использованием электронного умножителя.

Задача проведения изотопного анализа с меньшей, чем указано выше, стабильностью была решена разработкой специального алгоритма управления разверткой с подстройкой на вершине каждого анализируемого пика. В этом случае при дискретной развертке достаточно обеспечить попадание только на нужный пик, т. е. неточность установки величины магнитного поля при времени между подстройками с пика на пик ≤ 60 с допустима не более $4 \cdot 10^{-4}$. При этом стабильность магнитного поля $1 \cdot 10^{-5}$ достаточно иметь за время подстройки и измерения на вершине пика ~ 30 с.

Управление разверткой с подстройкой магнитного поля на середину вершины пика осуществляется с помощью ЭВМ, при этом отпадает ручная операция по предварительной настройке масс-спектрометра.

Алгоритм управления и обработки информации в процессе изотопного анализа следующий.

1. Обзорный спектр. Производится быстрая непрерывная развертка спектра до обнаружения по порогу пика, интенсивность которого измеряется с электронного умножителя. В момент обнаружения развертка останавливается и на скорости, обеспечивающей минимальные искажения формы пика, точно определяется значение времени выхода пика, что и закладывается в памяти ЭВМ. На обратном ходе развертки на дисплее отображается линейчатый спектр с маркером, обеспечивающий индикацию параметров (массовое число и интенсивность) пиков, совпадающих с маркером.

2. Автоматическая идентификация пиков масс-спектра.

3. Измерения. Автоматически включается коллектор. Устанавливаются значения магнитного поля по временам выхода пиков, хранящиеся в ЭВМ. Затем производится сканирование пика на скорости, обеспечивающей минимальные искажения формы пика на коллекторе, настройка на середину пика, статистическое измерение интенсивностей пиков и запоминание их параметров.

4. Вторичная обработка параметров. По окончании заданного числа разверток определяются концентрации изотопов, экстраполированных на нулевой отсчет времени, и регистрация этих значений с формуляром.

Система управления магнитного поля с требуемыми параметрами по стабильности должна представлять собой систему автоматического регулирования, в которой регулируемой величиной является либо магнитная индукция, либо поток индукции по площади, занимаемой полюсными наконечниками электромагнита. Датчиком индукции могут служить либо ЭДС преобразователя Холла, либо частота сигнала ЯМР измерителя магнитной индукции, преобразуемые в напряжения отрицательной обратной связи.

Стабилизация индукции по току электромагнита неприемлема, так как ставится задача определения точного значения массы по индукции магнитного поля, что невозможно вследствие гистерезиса в магнитной цепи, нечувствительности к изменению магнитной индукции, обусловленной изменением температуры магнитопровода.

В литературе описаны принципы стабилизации, основанные на использовании гальваномагнитных, ядерномагнитных явлений и явлений электромагнитной индукции. Из гальваномагнитных преобразователей в приборах для измерения и стабилизации магнитных полей получил применение датчик Холла [2]. ЭДС Холла, генерируемая датчиком, пропорциональна току через датчик (I) и индукции (B). Датчик Холла характеризуется линейной зависимостью ЭДС от индукции, быстроедействием (время установления ЭДС после появления индукции 10^{-11} — 10^{-13} с), малыми габаритами и высокой надежностью. Чувствительность датчика Холла к индукции колеблется от единиц до ~ 200 мкВ/Гс в зависимости от материала датчика [3, 4], а температурный коэффициент ЭДС Холла растет с увеличением чувствительности и составляет величину от 0.01%/°C для наименее чувствительных и до 1%/°C для наиболее чувствительных датчиков.

Кроме полезного напряжения U_x на выходе датчика Холла возникает ряд паразитных напряжений, суммируемых с U_x , главные из которых — остаточное резистивное напряжение, обусловленное зависимостью сопротивления датчика от магнитного поля, и термо-ЭДС, образующаяся из-за перепада температур в датчике. Паразитные составляющие выходного напряжения датчика зависят от температуры и вносят свой вклад в погрешность измерения магнитной индукции.

Из сказанного выше следует, что использование датчиков Холла в канале питания электромагнита невозможно без высокостабильного термостатирования датчиков, введения в цепь обратной связи усилителя ЭДС Холла со стабильным коэффициентом усиления, малыми шумами и температурным дрейфом.

Требования к стабилизатору температуры датчика Холла и усилителю ЭДС Холла при заданной нестабильности магнитной индукции $\Delta B/B = 1 \cdot 10^{-5}$ применительно к двум датчикам с чувствительностью 20 и 200 мкВ/Гс и температурным коэффициентом ЭДС Холла at соответственно 0.01 и 0.9%/°C [4]. Относительное допустимое изменение температуры Δt для первого датчика составит $\Delta t_1 = 0.1$ °C, для второго $\Delta t_2 \approx 0.001$ °C.

Если применить первый датчик Холла с лучшим температурным коэффициентом, а напряжение обратной связи сделать порядка 2 В, то при $B = 700$ Гс ЭДС Холла составит 14 мВ, а коэффициент усиления усилителя ЭДС Холла должен быть ~ 150 . При $\Delta B/B = 10^{-5}$ и $B = 700$ Гс $\Delta B = 0.007$ Гс, что соответствует изменению ЭДС 0.14 мВ. Чувствительность и шумы усилителя по крайней мере должны быть равны этой величине. Создание такого усилителя представляет значительную техническую сложность. Применение второго датчика Холла хотя и снижает требования к усилителю, но повышает требования к термостатированию датчика.

Известно применение датчиков Холла для регулирования и стабилизации

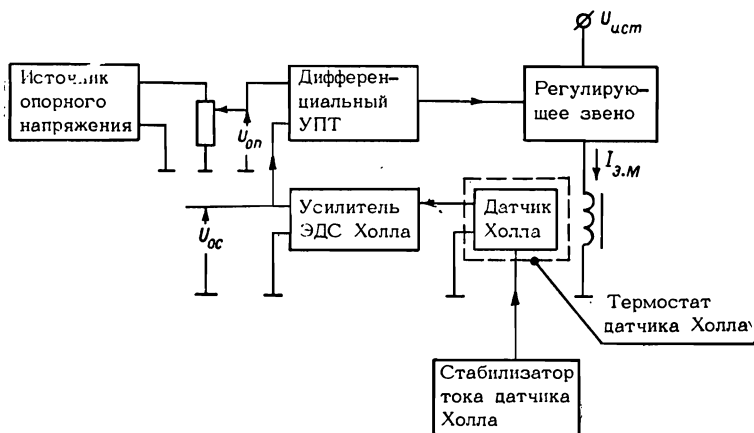


Рис. 2. Функциональная схема канала питания электромагнита с датчиком Холла.

индукции электромагнитов с питанием датчика переменным током с частотой ~ 10 кГц (масс-спектрометр TSN 206SA, Франция). Применение усилителя переменного тока снижает требования к усилителю, хотя высокие требования к термостатированию датчика остаются.

Необходимость точного установления индукции при переходе с пика на пик ($\Delta B/B = 10^{-4}$) предъявляет высокие требования к линейной зависимости ЭДС Холла от индукции [3]. При индукции от 1000 Гс и выше эта зависимость может быть не более $5 \cdot 10^{-4}$, а стабильность показаний датчиков при периодических измерениях в течение месяца не более $6 \cdot 10^{-4}$ (при колебании температуры не более 0.1 °С). Упрощенная функциональная схема канала питания электромагнита с датчиком Холла приведена на рис. 2.

Другой принцип стабилизации магнитной индукции по ядерному магнитному резонансу (ЯМР) [5] используется в каналах питания электромагнитов радиоспектрометров [6]. В системах стабилизации индукции ЯМР управляющей величиной является частота генератора, в контур которого входит катушка индуктивности датчика ЯМР. При резонансе магнитная индукция связана строго линейной зависимостью с фиксированной частотой генератора f , которая может быть приближена к стабильности кварцевого генератора. Однако создание быстродействующего, широкодиапазонного, управляемого вычислительной машиной измерителя магнитной индукции является сложной и дорогостоящей задачей, так как для перестройки частоты генератора, соответствующей изменению индукции от 500 Гс до 7000 Гс, требуется 14-кратное перекрытие по частоте контура датчика ЯМР без потери сигнала слежения.

Явление электромагнитной индукции применялось для стабилизации и изменения индукции электромагнита в преобразователях с вращающимися и колеблющимися в зазоре магнита катушками. Однако электромеханические преобразователи индукции оказались сложными и неудобными в эксплуатации, несмотря на достижение удовлетворительной стабилизации поля [7].

Другим типом преобразователя, использующего электромагнитную индукцию, является катушка обратной связи [8], связанная с катушкой намагничивания общим потоком магнитной индукции. Если число витков катушки обратной связи n , а площадь полюсов электромагнита S , то при изменении потока на обмотке катушки возникает ЭДС

$$E = -nS \frac{dB}{dt}.$$

Эта ЭДС используется для создания отрицательной обратной связи. Упрощенная функциональная схема канала питания электромагнита с катушкой обратной связи представлена на рис. 3. Оценить достоинства катушки обратной связи можно, подсчитав величину ЭДС, возникающую на одном витке катушки. При $\Delta B/B = 10^{-5}$, $\Delta t = 30$ с, $B = 700$ Гс, $S = 1.7 \cdot 10^{-2}$ м² величина $E = -4 \cdot 10^{-10}$ В, т. е. катушка обратной связи в 350 витков по величине ЭДС эквивалентна дат-

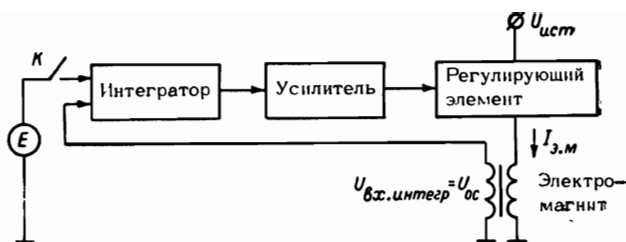


Рис. 3. Функциональная схема канала питания электромагнита с катушкой обратной связи.

чику Холла с чувствительностью 20 мкВ/Гс, но не требует термостатирования.

Структурная схема системы стабилизации и управления индукцией с катушкой обратной связи приведена на рис. 4, а. На схеме обозначены: k_1/p — передаточная функция интегратора; k_2 — коэффициент передачи усилителя напряжения; $1+p\tau_1$ — передаточная функция одного из возможных корректирующих звеньев; k_3 — коэффициент передачи усилителя мощности, связывающий ток в катушке электромагнита с напряжением на его входе; k_4 — коэффициент передачи электромагнита, связывающий индукцию в зазоре с током электромагнита; $1/(1+p\tau_2)$ — передаточное звено, определяемое индуктивностью катушки электромагнита; $k_5 p$ — передаточная функция катушки обратной связи; $1/(1+p\tau_3)$ — передаточное звено, определяемое индуктивностью катушки обратной связи p — оператор Лапласа.

Без учета постоянных времени τ_2 и τ_3 и корректирующего звена определим основные расчетные соотношения.

Передаточная функция разомкнутой системы

$$k_p = k_1 k_2 k_3 k_4 k_5;$$

передаточная функция замкнутой системы

$$k_{oc} \approx \frac{1}{k_5 p};$$

передаточная функция ошибки в установившемся режиме

$$k_{om} \approx \frac{1}{k_p};$$

передаточная функция, связывающая индукцию электромагнита с напряжением на входе системы

$$B(p) = \frac{U_{вх}(p)}{k_5 p}.$$

Если $U_{вх}$ изменяется скачком до амплитуды E и действует в течение времени t , то

$$B(t) - B(0) = \frac{Et}{k_5}.$$

На рис. 4, б показана структурная схема, поясняющая управление индукцией магнитного поля с помощью включения постоянного напряжения E на время t ключом K . Роль генератора E может выполнять прецизионный цифровой генератор напряжения (ЦГН), управляемый ЭВМ. При этом один ЦГН

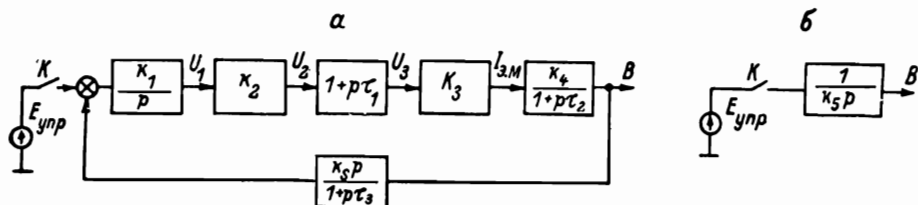


Рис. 4. Структурная схема устройства стабилизации и управления полем электромагнита с катушкой обратной связи.

а — полная схема; б — упрощенная эквивалентная схема.

управляет разверткой, а другой компенсирует дрейф системы стабилизации. Развертка масс-спектра в такой системе управления осуществляется следующим образом.

ЭВМ выдает на ЦГН код, соответствующий величине скорости развертки, и запускает таймер. Таймер по окончании заданного ЭВМ интервала времени выдает прерывание в ЭВМ. Таким образом, в течение времени от запуска таймера до выработки прерывания ЭВМ свободна от управления разверткой и может производить обработку масс-спектра при непрерывной развертке или вторичную обработку за время перехода с пика на пик при дискретной развертке.

Рассмотренный принцип стабилизации и управления разверткой магнитного поля с помощью катушки обратной связи, использованный при создании изотопного масс-спектрометра МИ 3305, позволил производить изотопный анализ водородно-гелиевых смесей за время ~ 30 мин при стабильности потока магнитной индукции не менее $1 \cdot 10^{-4}$. Воспроизводимость измерения изотопного состава неона, характеризующаяся среднеквадратичным отклонением, не менее 0.01%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мелешкин К. С., Нечаева Н. М., Рафальсон А. Э. и др. — Науч. приборы, 1978, № 16, с. 35.
2. Кобус А., Тушинский Я. Датчики Холла и магниторезисторы. М., 1971.
3. Хомерики О. К. — Приборы и сист. упр., 1972, № 17, с. 37.
4. Погодин В. И., Юрьева Г. А. — Приборы и сист. упр., 1972, № 7, с. 25.
5. Эндрью Э. Ядерный магнитный резонанс. М., 1957.
6. Радиоспектрометр РЯ2311. Техническое описание и инструкция по эксплуатации. Л., 1980.
7. Wabt N. T. — Rev. Sci. Instr., 1953, v. 24, p. 413.
8. Савин О. Р., Доля В. Н., Захарченко В. В., Зенкин В. И. — В кн.: Тез. докл. Второй Всесоюз. конф. по масс-спектрометрии. Л., 1974, с. 303.