

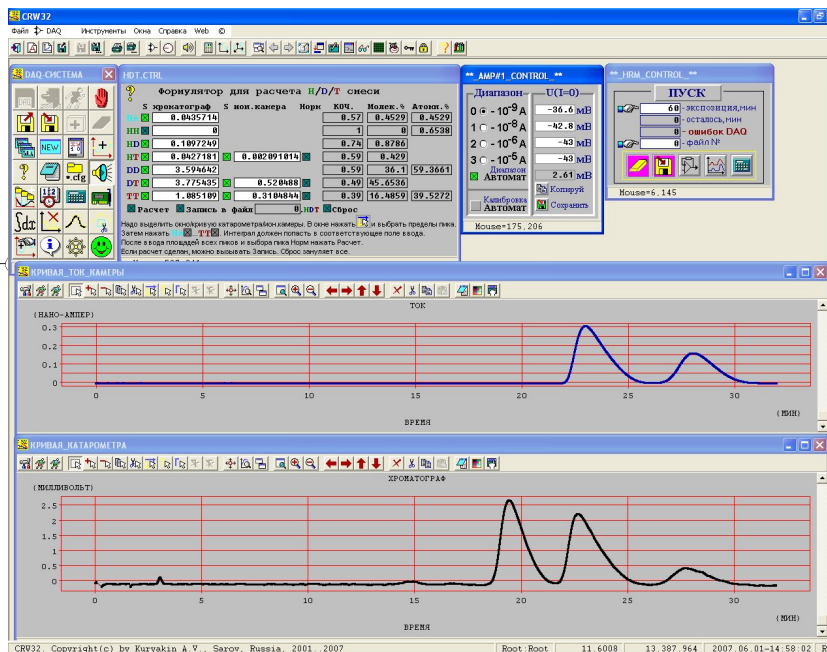
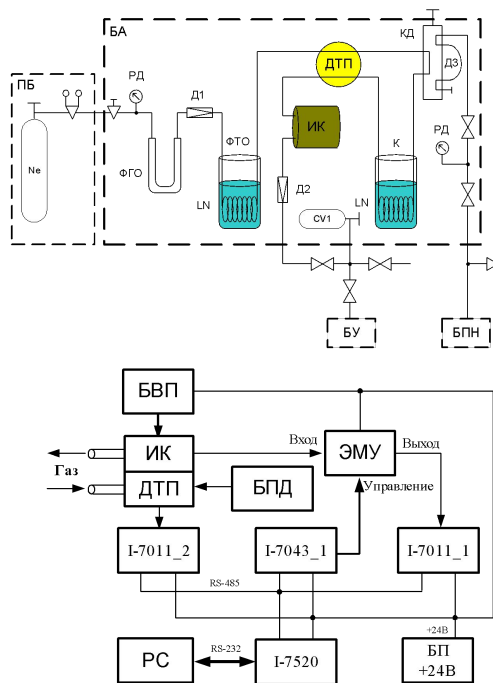


www.crw-daq.ru  
ВНИИЭФ Саров

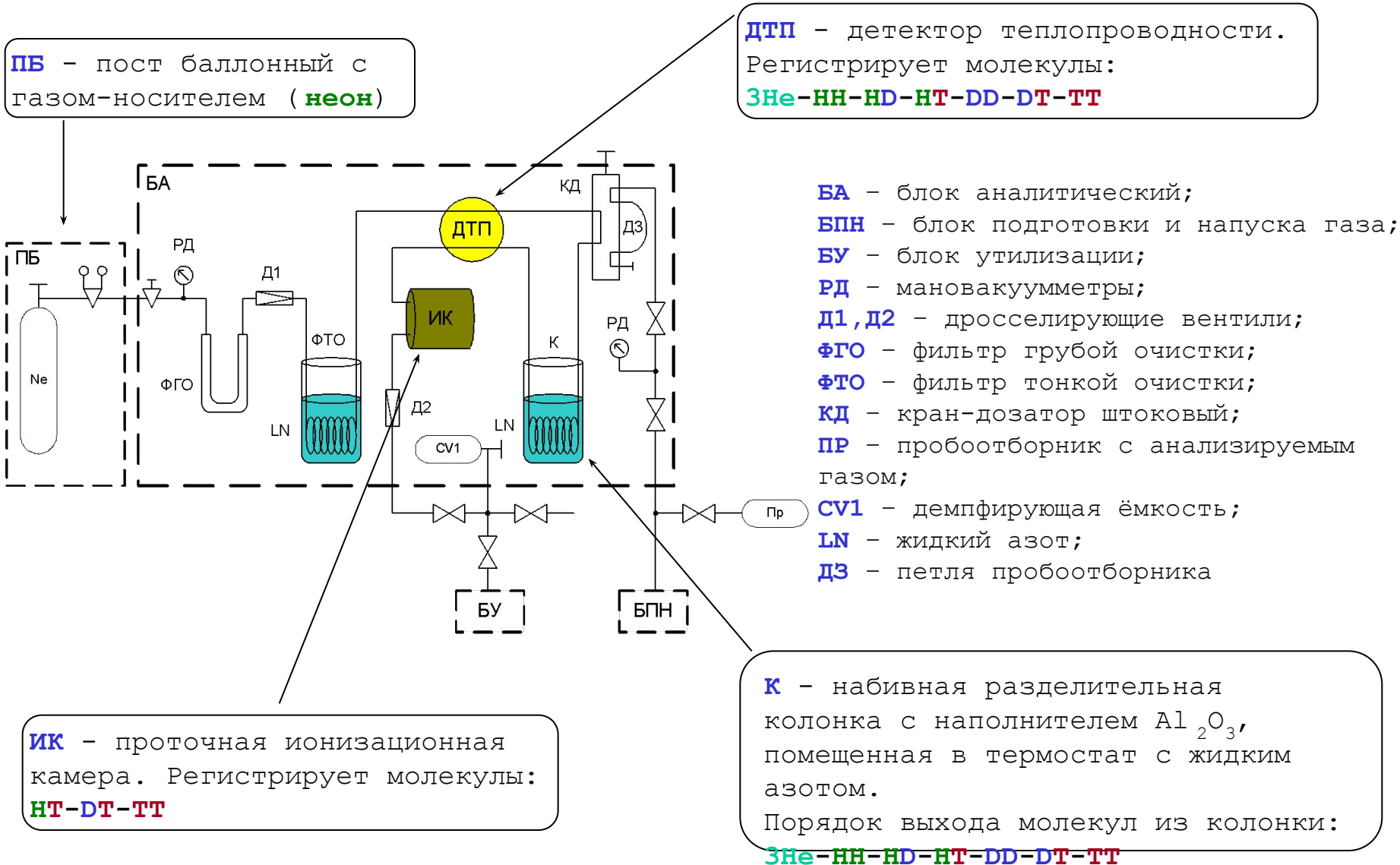
Разработка радиохроматографа РХТ-3 для изотопного и молекулярного анализа водородосодержащих газовых смесей

# РАЗРАБОТКА РАДИОХРОМАТОГРАФА РХТ-3 ДЛЯ ИЗОТОПНОГО И МОЛЕКУЛЯРНОГО АНАЛИЗА РАЗРАБОТКА РАДИОХРОМАТОГРАФА ДЛЯ АНАЛИЗА ВОДОРОДОСОДЕРЖАЩИХ ИЗОТОПНОГО И МОЛЕКУЛЯРНОГО АНАЛИЗА ВОДОРОДОСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

С.В. Фильчагин, А.В. Бучирин, Ю.И. Виноградов,  
С.В. Златоустовский, А.В. Курякин, П.В. Ширнин

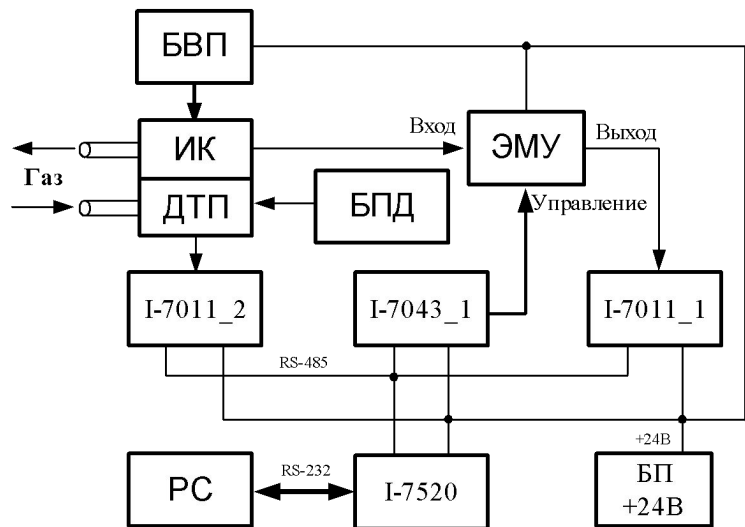


## Разделение изотопов водорода



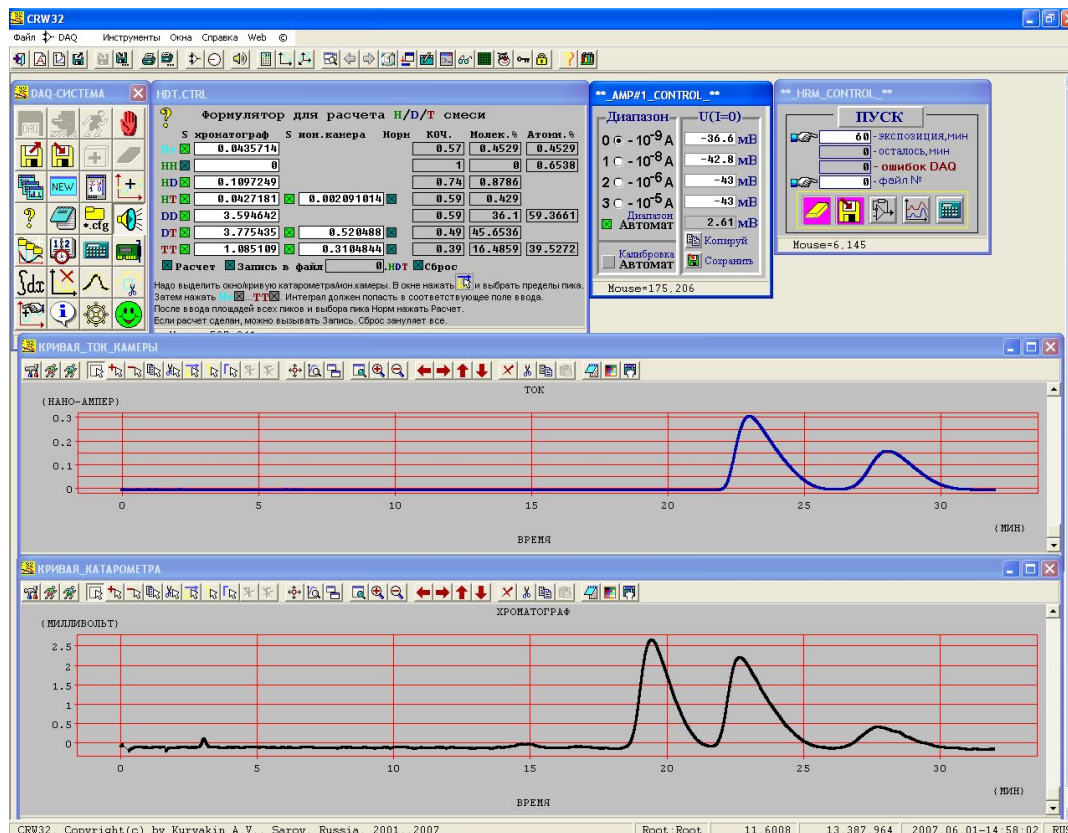
# Система регистрации

## Аппаратурный состав



- БПД** – блок питания детектора теплопроводности;
- БВП** – блок высоковольтного питания;
- БП** – блок питания +24В;
- ЭМУ** – электрометрический усилитель;
- ИК** – ионизационная камера;
- ДТП** – детектор теплопроводности;
- I-7011** – модули аналогового ввода;
- I-7043** – модуль цифрового вывода;
- I-7520** – преобразователь интерфейса;
- PC** – персональный компьютер;

Программа управления хроматографом и расчета состава газовой смеси реализована в пакете CRW32 созданном для автоматизации **H/D/T** установок





www.crw-daq.ru  
ВНИИЭФ Саров

## Аппаратура регистрации

### Специальная аппаратура:

электрометрический усилитель для преобразования тока ионизационной камеры

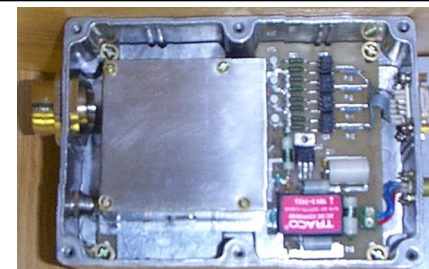
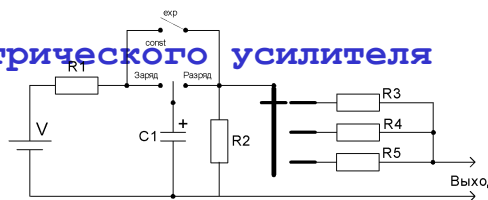
- широкий диапазон измерения токов (от  $10^{-14}$  до  $10^{-6}$  А);
- высокая термостабильность ( $0.02\%/^{\circ}\text{C}$ );

высоковольтный блок питания для задания напряжения смещения ионизационной камеры

- регулируемое выходное напряжения от 150 до 450В;
- выходной ток 10мкА;

калибратор тока для контроля и калибровки электрометрического усилителя

- статический режим (3 фиксированных тока)
- динамический режим (разряд конденсатора C1)



### Промышленные интеллектуальные модули фирмы ICP-DAS:

модули аналогового ввода I-7011 для регистрации сигналов с детектора теплопроводности и электрометрического усилителя,

модуль цифрового вывода I-7043 для переключения диапазонов электрометрического усилителя:

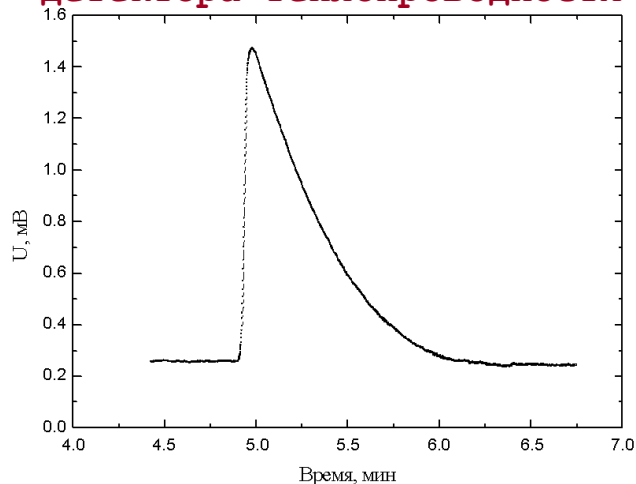
- высокая термостабильность (рабочий диапазон от минус 20 °С);
- гальваническая изоляция до 3000 В;
- высокая точность измерений (0.05%)

Федеральной Службой по экологическому, технологическому и атомному надзору выдано разрешение на применение модулей ICP-DAS на потенциально опасных производствах

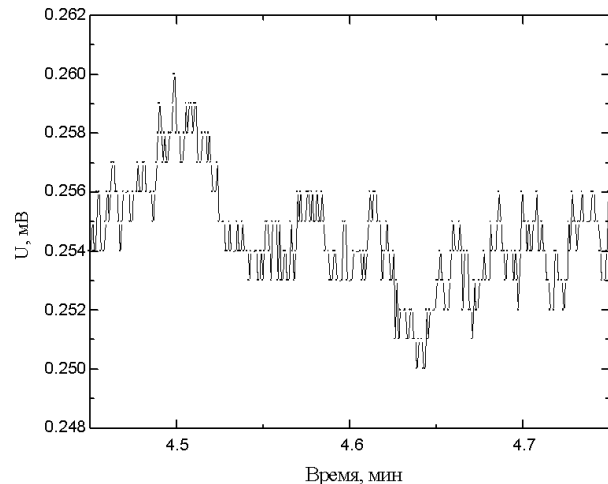


## Свойства измерительных каналов

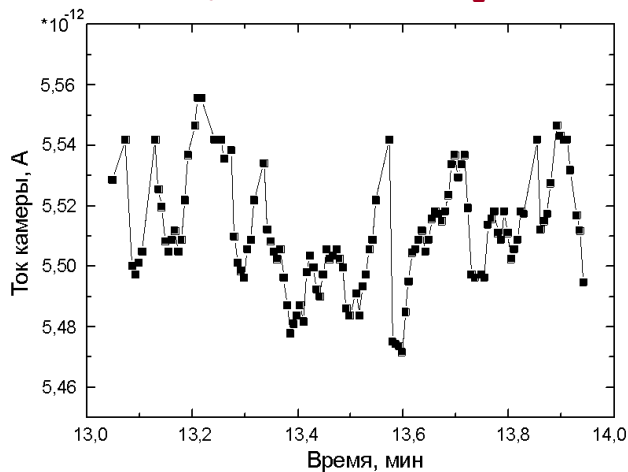
**Характерный вид сигнала с детектора теплопроводности**



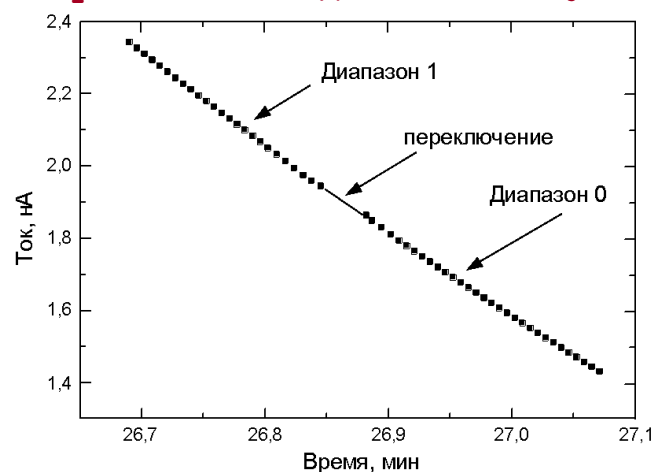
**Шум сигнала с детектора теплопроводности**



**Шум тока камеры**



**Вид кривой тока камеры в момент переключения диапазонов усилителя**







# Программное управление хроматографом

## Программа обеспечивает:

- управление сбором данных;
- обработку аппаратных кривых датчика теплопроводности и ионизационной камеры;
- сохранение первичных данных;
- расчет состава газовой смеси;
- сохранение результатов анализа

Управление хроматографом осуществляется через мнемосхемы

### Расчет изотопного и молекулярного состава газовой смеси

HDT.CTRL

Формулятор для расчета H/D/T смеси

S хроматограф	S ион.камера	Норм	КОЧ.	Молек.%	Атомн.%
He <input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>		0.57	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>
HN <input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>		1	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>
HD <input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>		0.74	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>
HT <input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>	0.59	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>
DD <input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>		0.59	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>
DT <input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>	0.49	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>
TT <input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="text" value="0"/>	0.39	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>

Расчет  Запись в файл .HDT  Сброс

Надо выделить окнокривую катарометраион.камеры. В окне нажать и выбрать пределы пика. Затем нажать  . Интеграл должен попасть в соответствующее поле ввода. После ввода площадей всех пиков и выбора пика Норм нажать Расчет. Если расчет сделан, можно вызывать Запись. Сброс зануляет все.

Mouse=138,14

### Основная мнемосхема управления хроматографом

\*\*\_HRM\_CONTROL\_\*\*

ПУСК

- экспозиция, мин

- осталось, мин

- **ошибок DAQ**

- файл №

Mouse=249,28

### Управление усилителем

\*\*\_AMP#1\_CONTROL\_\*\*

Диапазон	U(I=0)
0 <input checked="" type="radio"/> - $10^{-9}$ А	-36.6 мВ
1 <input type="radio"/> - $10^{-8}$ А	-42.8 мВ
2 <input type="radio"/> - $10^{-6}$ А	-43 мВ
3 <input type="radio"/> - $10^{-5}$ А	-43 мВ
<input checked="" type="checkbox"/> Диапазон АВТОМАТ	271.55 мВ

Калибровка АВТОМАТ

Копируй Сохранить

Mouse=122,2



[www.crw-daq.ru](http://www.crw-daq.ru)  
ВНИИЭФ Саров

## Расчет состава газовой смеси

В общем виде, считается, что существует 7 пиков по катарометру:

0...6=He/HH/HD/HT/DD/DT/TT

Если имеется смесь изотопов, то концентрация  $i$ -го компонента (каждого из них) при отсутствии заметной доли примесей, определяется по формуле:

$$C_i = \frac{K_i \cdot S_i^{kat}}{\sum_{i=He}^{TT} K_i \cdot S_i^{kat}} \cdot 100\%$$

где

$C_i$  - концентрация компонента в анализируемой смеси;

$S_i^{kat}$  - площадь пика кривой катарометра  $i$ -го компонента;

$K_i$  - коэффициент относительной чувствительности (КОЧ) катарометра для  $i$ -й молекулы.

$K_{He} / K_{HD} / K_{HT} / K_{DD} / K_{DT} / K_{TT} = 0.57 / 1.00 / 0.74 / 0.59 / 0.59 / 0.49 / 0.39$ .

Из-за большей чувствительности ионизационной камеры по сравнению с ДТП её использование в составе радиохроматографа позволяет повысить точность измерений молекул содержащих тритий. Для этого проводят перенормировку по ионизационной камере. Перенормировка делается по пику  $n$  с максимальной амплитудой  $u$  которого наилучшая точность определения площади.

Для  $i=0..2=HT/DT/TT$ , коррекция делается по формуле:

$$C_i^{cor} = C_n^{kat} * \frac{C_i^{ion}}{C_n^{ion}}$$

$$C_i^{ion} = \frac{S_i^{ion}}{K_i^{ion}} - \text{концентрация } i\text{-го пика кривой камеры}$$

$n$  - выбранный для коррекции пик HT, DT или TT;

$K_i^{ion}$  - КОЧ камеры для молекулы, содержащей тритий,  $K_{HT} / K_{DT} / K_{TT} = 0.5 / 0.5 / 1.00$

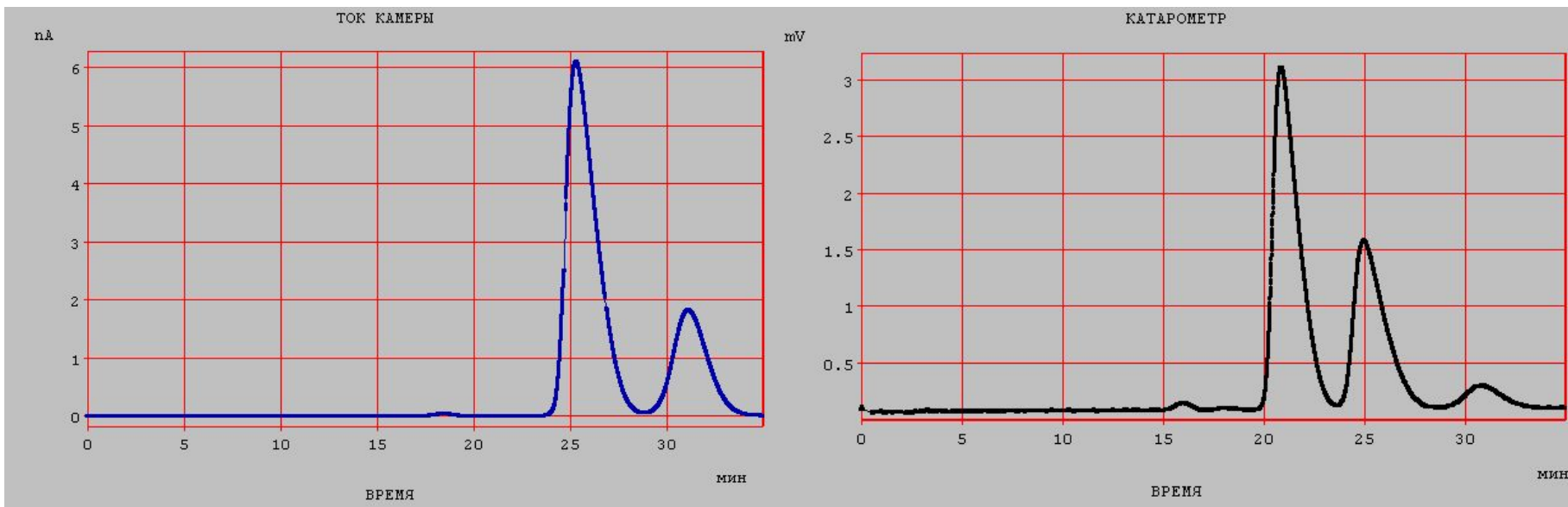
После коррекции необходимо повторить нормировку, т.е. окончательный результат:

$$C_i^{res} = \frac{C_i^{cor}}{\sum_{i=He}^{TT} C_i^{cor}}$$



www.crw-daq.ru  
ВНИИЭФ Саров

## Аппаратурные кривые и результат анализа



```

*****
H/D/T composition chromatography analysis done at 2007.06.27-15:46:21
S peak, chromatograph   S peak, ion camera   Molecular, %   Isotope, %   КОЧ
He                       0                   -              0.0000       0.0000       0.57
H2   0.0612567346739194   -              0.4462       0.5208       1.00
HD                       0                   -              0.0000       -             0.74
HT   0.017825574902534   0.0433036252171818  0.1493       -             0.59
D2   4.43325688082033    -              54.7285      73.8853      0.59
DT   2.57755400788734    11.1119706501317   38.3137      -             0.49
T2   0.399785894596133   3.69048007536699   6.3623       25.5938      0.39

Normalization : peak DT
*****

```





[www.crw-daq.ru](http://www.crw-daq.ru)

ВНИИЭФ Саров

## Заключение

---

- Для решения задач анализа газовых смесей  $H/D/T$  во ВНИИЭФ был разработан радиохроматограф включающий в себя два детектора – проточную ионизационную камеру, и датчик теплопроводности.
- Работоспособность радиохроматографа была проверена как в лабораторных условиях, так и при эксплуатации в составе комплекса «Тритон» в ОИЯИ, г.Дубна.
- Использование системы контроля и управления узлами хроматографа, и программы обработки с удобным интерфейсом пользователя на базе персонального компьютера максимально снижает роль оператора и увеличивает производительность, что особенно удобно при проведении рутинных анализов.