

На правах рукописи

ГРОМОВ ЕВГЕНИЙ АНАТОЛЬЕВИЧ

**СИСТЕМА РЕГИСТРАЦИИ И УПРАВЛЕНИЯ
СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ КАНАЛОМ ДВУХПОЛЯРНОГО
СПЕКТРОМЕТРА ИОННОЙ ПОДВИЖНОСТИ**

05.13.05 – Элементы и устройства вычислительной техники и систем управления

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Автор:



Москва – 2018 г.

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»

Научный руководитель: Першенков Вячеслав Сергеевич,
доктор технических наук, профессор
НИЯУ МИФИ, г. Москва

Официальные оппоненты: Таперо Константин Иванович,
доктор технических наук,
АО «НИИП»

Харитонов Игорь Анатольевич,
кандидат технических наук,
МИЭМ НИУ ВШЭ

Ведущая организация: ФГУ ФНЦ НИИСИ РАН, г. Москва

Защита состоится « 27 » 09 2018 г. в 17 час. 00 мин.
на заседании диссертационного совета Д 212.130.13
в Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ» по
адресу 115409, г. Москва, Каширское ш., 31, тел. 8(499) 324-84-98

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Национального
исследовательского ядерного университета «МИФИ» и на сайте
<http://ods.mephi.ru>

Автореферат разослан « ___ » _____ 2018 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном
экземпляре, заверенный печатью организации.

Ученый секретарь
диссертационного совета, к.т.н.,



Д.С. Веселов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ДИССЕРТАЦИИ

Актуальность темы. Аналитические средства идентификации веществ широко используются в таких социально значимых областях как противодействие терроризму и обороту наркотиков, предотвращение распространения опасных и токсичных химических веществ, медицинская диагностика, контроль качества пищевой продукции и промышленных материалов. Современные стандарты и условия конкуренции в аналитическом оборудовании предполагают соблюдение все более высоких требований к их характеристикам. Одной из технологий, применяемой в последнее время наряду с традиционными масс-спектрометрией и хроматографией, является спектрометрия ионной подвижности, используемая для детектирования и идентификации разнообразных классов веществ, образующих положительно и отрицательно заряженные ионы, анализ подвижностей которых положен в основу данного метода. Одновременное обнаружение веществ разных классов требует средств совместного детектирования ионов как положительной, так и отрицательной полярности. Поэтому задача разработки двухполярного спектрометра ионной подвижности с высокой разрешающей способностью для экспресс обнаружения сверхмалых количеств веществ является актуальной.

В настоящее время метод спектрометрии ионной подвижности с одновременным детектированием веществ в двух полярностях применяется в ряде серийных приборов, изготавливаемых компаниями Smiths Detection (Великобритания), Implant Sciences Corp. (США), Morpho Detection (Франция) и Bruker (Германия). Большинство таких приборов выполнены в стационарном варианте и имеют большие габариты и массу, что ограничивает возможности оперативного поиска. По существу эти приборы представляют собой два параллельно работающих детектора, установленных в один корпус, один из которых детектирует отрицательные, а другой – положительные ионы. Большая часть выпускаемых в России детекторов: «М-ИОН», «МО-2М» (приборы на основе нелинейной зависимости подвижности ионов), и «Пилот-М», «Сапан-1», «Руно» (дрейфспектрометры) – предназначены для работы только в одном, заранее определенном, режиме: обнаружение отрицательно заряженных ионов (взрывчатые вещества) или положительно заряженных ионов (наркотические вещества). Также выпускается отечественный прибор «ИДД Кербер» с возможностью медленного электронного переключения полярности напряжения в дрейфовой области. Фактически прибор работает в однополярном

режиме, а полярность детектируемых ионов выбирается для каждой конкретной задачи обнаружения целевых веществ. Переключение полярности в этом приборе занимает длительное время (порядка 10 с), поскольку связано с необходимостью установления режимов работы и проведения калибровки, что исключает возможность одновременного детектирования веществ различных классов. Таким образом, актуальна задача модернизации подобных детекторов для обеспечения возможности одновременного детектирования ионов разной полярности (двухполярный режим), ориентированных на обнаружение взрывчатых, наркотических и других опасных веществ.

Принцип спектрометрии ионной подвижности основан на разделении ионов по времени пролета в газовой среде в постоянном электрическом поле. Получаемая времяпролетная спектрограмма, в которой можно выделить пики веществ, характеризует наличие ионов с определенной подвижностью. Величины подвижностей ионов исследуемого вещества, приведенные к стандартным значениям температуры и атмосферного давления, позволяют идентифицировать состав пробы по табличным значениям, записанным в базу данных веществ прибора.

Спектрометрический канал состоит из камеры ионизации, пространственно отделенной электрическим затвором от дрейфовой камеры с однородным, продольным электрическим полем и блока детектирования ионов. Создание двухполярного спектрометра ионной подвижности, основанного на быстром переключении полярности дрейфового напряжения, для одновременного детектирования веществ разных классов включает в себя решение комплекса технически сложных задач, связанных с быстрым и непрерывным переключением высоких напряжений (до 3 кВ) в области дрейфа ионов, формированием стабильных дрейфовых полей, эффективной генерацией ионов обеих полярностей, детектированием ионного тока (порядка 100 пА) в условиях помех от высоковольтной системы и обработкой данных. Время измерения ионного спектра составляет порядка 70 мс, далее происходит передача спектрометрических данных (не более 10 мс), за время которой необходимо полностью переключить полярность высокого напряжения и обеспечить его стабильность, поскольку измерение должно проводиться в постоянном электрическом поле.

Таким образом, решение указанных проблем по модернизации портативного спектрометра ионной подвижности обеспечит одновременное обнаружение положительных и отрицательных ионов веществ разных классов, в том числе взрывчатых, наркотических и отравляющих, что позволит усовершенствовать целый класс приборов и

внести вклад в общие методы построения аналогичных устройств.

Целью диссертационной работы является исследование, разработка и улучшение характеристик элементов и узлов усовершенствованного варианта спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности дрейфового поля для реализации попеременного, непрерывного обнаружения положительных и отрицательных ионов, с нерадиоактивным источником ионизации и с малыми массогабаритными параметрами, что позволит оперативно обнаруживать полный спектр веществ в различных областях применения. Прибор должен эксплуатироваться в самых разнообразных условиях (в том числе и полевых). Для этого необходимо:

1. Сформулировать требования к узлам и блокам спектрометра, обеспечивающие выполнение поставленной цели.
2. Разработать трансимпедансный усилитель для регистрации пикоамперного сигнала ионного тока в спектрометрическом канале спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности дрейфового поля.
3. Провести моделирование (в САД-программах) частотных и шумовых параметров усилителя ионного тока на соответствие заданным требованиям.
4. Исследовать и разработать систему формирования стабильного высокого напряжения (до 3 кВ) в дрейфовой области спектрометра ионной подвижности с возможностью быстрого (не более 10 мс), непрерывного переключения полярности.
5. Разработать способ минимизации помех от высоковольтной системы на усилитель ионного тока, позволяющий реализовать регистрацию сигнала в спектрометрическом канале при быстром переключении полярности дрейфового поля.
6. Провести схемотехническое моделирование и разработать электронику формирования дрейфового поля, на основе частотно-компенсированного делителя.
7. Разработать микроконтроллерную систему управления электронными узлами спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности.
8. Провести экспериментальную апробацию портативного двухполярного спектрометра ионной подвижности и показать возможность его практического применения.

Объектом реализации указанных исследований является спектрометрический канал (элементы и узлы) и система управления для портативного спектрометра ионной подвижности с быстрым

переключением полярности, позволяющего одновременно регистрировать в реальном времени ионы целевых веществ, образовавшиеся в камере ионизации, как с положительным, так и с отрицательным зарядом.

Достоверность результатов подтверждается практикой использования разработанной системы регистрации и управления спектрометрическим каналом двухполярного спектрометра ионной подвижности в производимых мелкосерийно детекторах сверхмалых количеств веществ, основанной на воспроизводимой технологии изготовления, воспроизводимыми электрическими параметрами источника высокого напряжения, генератора напряжения на защитной сетке коллектора, усилителя ионного тока и электростатических затворов, параметрами обнаружения и согласованностью полученных результатов с результатами других исследователей.

Научная новизна диссертации заключается в исследовании и разработке научных подходов, методов, алгоритмов, а также улучшении узлов усовершенствованного варианта спектрометра ионной подвижности для получения новых качественных результатов. При этом получены следующие **научные результаты**:

1. Предложен и реализован способ управления состоянием интегрирующего звена трансимпедансного усилителя на основе контролируемой инъекции токов заданной полярности на входе усилителя [патент РФ № 2625805].
2. Предложен и обоснован результатами проведенных исследований способ быстрого переключения полярности высоковольтного источника и стабилизации напряжений в цепи формирования распределенного поля в дрейфовой области.
3. Предложен и реализован способ формирования напряжения на экранирующем электроде усилителя ионного тока, обеспечивающий минимизацию помех при переключении полярности высокого напряжения [патент РФ № 2638824].
4. Предложен алгоритм управления и синхронизации функциональных блоков спектрометра при быстром переключении полярности, обеспечивающий одновременное обнаружение положительных и отрицательных ионов.

Практическая значимость работы определяется следующими результатами:

1. Предложены и реализованы принципы, позволяющие осуществлять непрерывное электронное переключение полярности высокого напряжения за время, не превышающее

- 10 мс, обеспечивающие одновременное детектирование положительных и отрицательных ионов.
2. Предложена и исследована схема, минимизирующая перенос заряда через цепь управления усилителем ионного тока и расширяющая динамический диапазон для увеличения точности и повышения достоверности результатов измерений спектрометра ионной подвижности.
 3. Разработан и реализован трансимпедансный усилитель, который позволяет регистрировать сигнал ионного тока в спектрометрическом канале спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности дрейфового поля.
 4. Предложена и исследована схема формирования напряжения на защитной сетке, минимизирующей индукционный ток от ионного сгустка, позволяющая реализовать стабильную регистрацию сигнала в спектрометрическом канале при быстром переключении полярности дрейфового поля.
 5. Разработаны, исследованы и внедрены схмотехнические и конструктивные решения, существенно повышающие эффективность обнаружения веществ с помощью портативных детекторов на основе технологии спектрометрии ионной подвижности.

Основные положения, выносимые на защиту. Методы и технические решения, усовершенствованных вариантов элементов и системы управления спектрометра ионной подвижности, обеспечивающие его работу в двухполярном режиме обнаружения, что позволяет одновременно детектировать широкий список веществ различных классов:

1. Способ минимизации влияния высоковольтной системы на усилитель ионного тока путем использования управляемого генератора.
2. Принцип переключения высокого напряжения в дрейфовой камере на основе мультифазного управления с использованием частотно-компенсированного делителя.
3. Способ организации управления и конструкция коллекторного блока с дополнительным генератором для формирования напряжения на защитной сетке.
4. Алгоритм синхронизации основных электронных блоков управления (затворов, ионизации, высокого напряжения).
5. Результаты экспериментальной апробации спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности.

Личный вклад автора. Общая постановка и обоснование задач исследований, обсуждение полученных результатов были выполнены автором совместно с научным руководителем и членами научного коллектива. Личный вклад автора заключается в исследовании и реализации усилителя ионного тока для двухполярного спектрометра ионной подвижности, коллекторного блока с дополнительным генератором напряжения на защитной сетке, минимизирующей индукционный ток от ионного сгустка, электронных узлов высоковольтного блока с быстрым переключением полярности дрейфового поля. Автором проведены разработка и моделирование схемотехнических и конструктивных решений, позволяющих существенно увеличить эффективность обнаружения веществ с помощью портативных детекторов на основе технологии спектрометрии ионной подвижности. Автором также были проведены апробация разработанного спектрометра ионной подвижности и анализ результатов.

Представленные исследования выполнялись на базе кафедры микро- и нанoeлектроники НИЯУ «МИФИ».

Апробация работы. Основные результаты работы представлялись, на 12, 13, 14, 15 и 18 научных сессиях МИФИ (г. Москва, 2009; 2010; 2011; 2012, 2015); на форуме «Технологии безопасности 2010» (Москва, Крокус Экспо, 2010г.); на международных конференциях International Conference on Nanotechnologies and Biomedical Engineering, Chişinău, Republic of Moldova, 2011; 21 International Conference on Ion Mobility Spectrometry, Orlando, Florida, USA 22-27 July 2012; 16th Annual Conference AISEM, February 5-9 2013, Brescia, Italy; IEEE Workshop on Environmental, Energy, and Structural Monitoring Systems, EESMS 2015; 3rd International Conference on Nanotechnologies and Biomedical Engineering, 2016.

Публикации. По материалам диссертационной работы опубликовано 26 печатных работ, в том числе 6 статей в журналах из перечня ВАК, 9 статей и материалов конференций, индексируемых в Scopus и Web of Science, а также 3 патента на изобретение. Список печатных работ приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка цитируемой литературы и приложения. Общий объем диссертации составляет 160 страниц, включая 98 рисунков, 2 таблицы и 140 библиографических ссылок.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении сформулирована актуальность данной работы, поставлены цели и задачи исследований, рассмотрена новизна и практическая значимость, изложены основные положения, выносимые на защиту. Представлен краткий обзор структуры диссертации.

Первая глава. В первой части рассмотрены область применения и задачи метода спектрометрии ионной подвижности. Показана необходимость создания портативного прибора, способного к одновременному детектированию веществ различных классов, в том числе взрывчатых, наркотических и отравляющих, образующих при ионизации положительные и отрицательные ионы. Рассмотрены альтернативные методы обнаружения веществ, и по итогам проведенного анализа показано, что спектрометрия ионной подвижности является предпочтительной для создания мобильных переносных детекторов, обладающих высокой чувствительностью и селективностью, компактностью, низким потреблением энергии и малой массой.

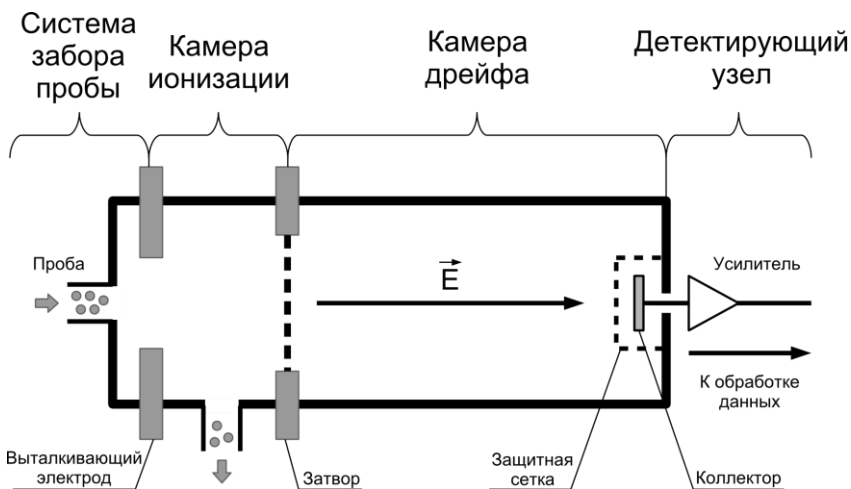


Рис. 1. Общепринятая структура спектрометра ионной подвижности.

Во второй части приведено описание общепринятой структуры спектрометра ионной подвижности (рис.1). Рассмотрены составные части спектрометра ионной подвижности и пояснен принцип детектирования. Также рассмотрены физические особенности и задачи метода детектирования веществ различных классов.

В третьей части представлено краткое описание тенденций развития и анализ современного аналитического оборудования в области обнаружения следовых количеств веществ с помощью метода спектрометрии ионной подвижности. Рассмотрены существующие конструкции двухполярных (с одновременным детектированием положительных и отрицательных ионов) спектрометров ионной подвижности, приведены их характеристики и эксплуатационные параметры. Проведено сравнение приборов, отмечены их достоинства и недостатки.

В четвертой части проведен анализ путей реализации двухполярного спектрометра ионной подвижности. Среди возможных вариантов существуют такие, как реализация двух отдельных устройств в одном приборе с миниатюризацией составных компонентов или разработка комплекса схемотехнических решений, обеспечивающих работоспособность отдельных блоков прибора при быстром переключении полярности высокого напряжения. С учетом описанных в литературе конструкций и технологий, наиболее перспективным для портативного исполнения является метод попеременного переключения высокого напряжения в дрейфовой области спектрометра ионной подвижности.

На основании проведенного анализа литературных данных сформулированы задачи настоящей работы.

Вторая глава посвящена исследованию и разработке двухполярного трансимпедансного усилителя ионного тока для спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности дрейфового поля.

Ключевым элементом спектрометра ионной подвижности является блок детектирования ионного тока (рис.2). Функцией данного блока является оцифровка сигнала ионного тока, поступающего в коллекторный узел. Ионы под действием поля дрейфовой камеры достигают коллекторного узла и поглощаются цилиндром Фарадея. Стекающий заряд создает электрический ток, поступающий на первый каскад усилителя (предусилитель). Ионный ток, поступающий в детектирующий узел, имеет величину порядка (10 .. 100) пА. Для преобразования малого входного тока в выходной сигнал напряжения в качестве предусилителя используется интегрирующее звено. Второе дифференцирующее звено основано на операционном усилителе с низким уровнем шума. Полученный сигнал поступает в аналогово-цифровой преобразователь и передается в блок обработки информации через SPI-интерфейс.

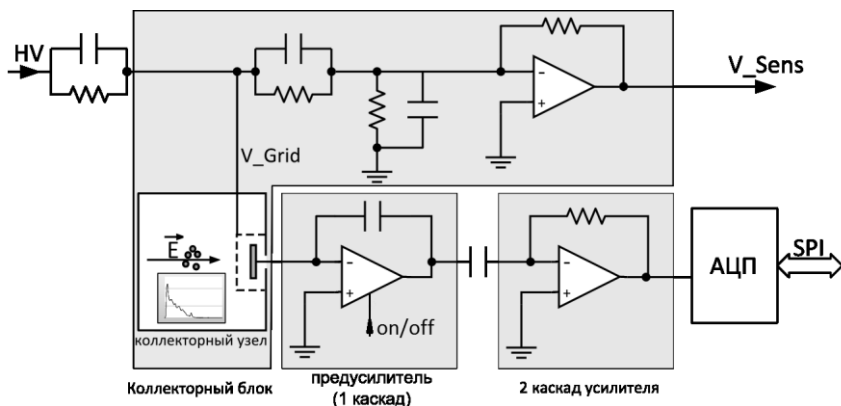


Рис. 2. Общая структура блока детектирования.

Кроме того, данный блок включает в себя датчик величины высокого напряжения (рис.2 верхняя часть), формирующего поле в дрейфовой камере. Для корректного детектирования веществ перенастраиваются положения интервалов времени пролета, по которым происходит идентификация веществ, поскольку уровень высокого напряжения влияет на скорость пролета ионами дрейфовой камеры.

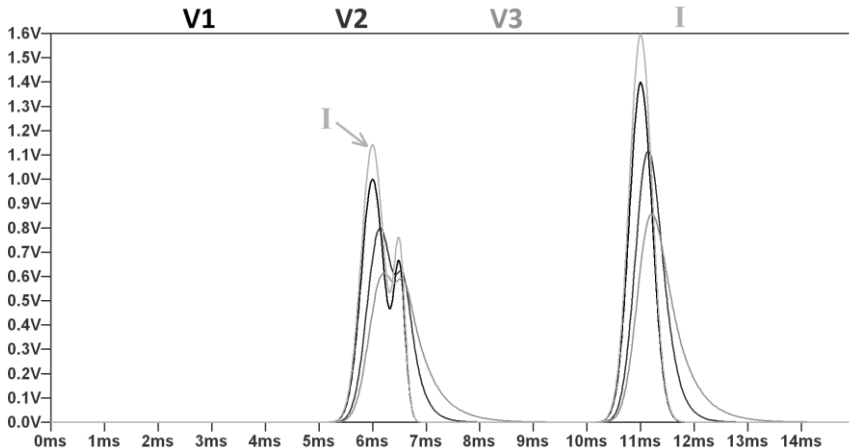


Рис. 3. Сигналы V на выходе усилителя для различных схемотехнических вариантов (для сравнения показан сигнал входного тока I).

При электрическом моделировании схемы (в среде LTspice IV) получены сигналы на выходе усилителя (рис.3) для различных вариантов

схемотехники. С учетом искажений сигнала были получены оптимизированные параметры, которые учитывались в дальнейшем при разработке конструкции усилителя. Проведенное моделирование показывает, что разрабатываемая схемотехника усилителя ионного тока удовлетворяет поставленным требованиям.

Переключение полярности высокого напряжения дрейфового поля вызывает кратковременную перегрузку усилителя емкостным током с полевых электродов. В традиционной схемотехнике длительное время восстановления работоспособности усилителя после перегрузки не позволяет реализовать режим попеременного детектирования отрицательных и положительных ионов. Для обеспечения работоспособности усилителя в данном режиме используется управляемый генератор пикоамперного тока [патент РФ № 2625805], который компенсирует смещение напряжения на выходе трансимпедансного интегрирующего звена, возникающее в результате интегрирования заряда емкостной наводки от электрических цепей, изменяющих потенциал при переключении полярности высокого напряжения, обладает минимальным (не искажающим спектр с типовым зарядом электронного сгустка порядка 0.4 пКл) переносом заряда через цепь управления и позволяет оптимизировать динамический диапазон для увеличения точности и повышения достоверности результатов измерений.

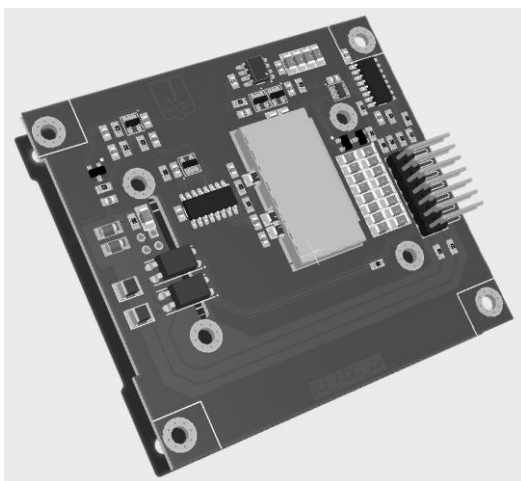


Рис. 4. Конструкция усилителя ионного тока для двухполярного спектрометра ионной подвижности.

Это позволяет реализовать стабильную регистрацию сигнала в спектрометрическом канале при быстром переключении полярности дрейфового поля.

При разработке усилителя (рис.4.) соблюдались жесткие требования (в соответствии с ТУ), поскольку усилитель встраивается в существующий вариант конструкции. Требования к обеспечению помехозащищенности при работе в двухполярном режиме являются более жесткими, вследствие чего применялись меры по дополнительному экранированию для минимизации помех.

Тестирование усилителя проводилось на экспериментальной установке, позволяющей формировать токовый импульсный тестовый сигнал заданной формы в пикоамперном диапазоне. Данная установка позволяет сравнивать времяамплитудные характеристики выходного сигнала усилителя с характеристиками исходного тестового сигнала. Тестирование показало, что характеристики разработанного усилителя удовлетворяют поставленным требованиям.

Третья глава посвящена исследованию и разработке электронных блоков высоковольтной части для двухполярного спектрометра ионной подвижности.

Требования, предъявляемые к блоку ионных затворов, включают в себя наличие гальванической развязки между исполнительной высоковольтной и управляющей низковольтной электрическими цепями, отсутствие сквозного тока при перекоммутации ключей, точные времена переключения с помощью логических управляющих импульсов, возможность коммутации больших напряжений (порядка 300 В).

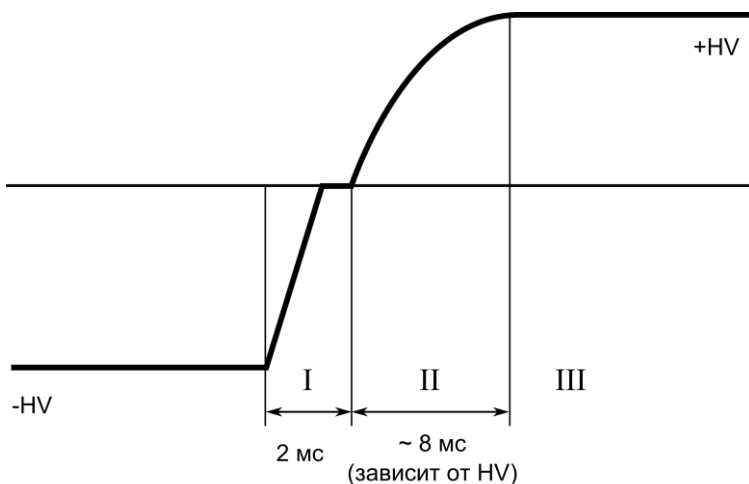
Блок управления и конструкция источника ионизации должны обеспечивать возможностью быстрого электронного переключения между режимами образования положительных и отрицательных ионов. Источник ионизации должен работать в импульсном режиме с целью увеличения срока службы и улучшения стабильности характеристик.

При реализации электроники блока, формирующего поле в дрейфовой камере, использовался частотно-компенсированный делитель для обеспечения распределенного, однородного дрейфового поля после быстрого переключения высокого напряжения. Для минимизации влияния элементов дрейфовой камеры на частотную компенсацию была разработана конструкция, обладающая малой электрической емкостью звеньев.

Формирование высокого напряжения в области дрейфа реализуется высоковольтным генератором, преобразующим входное напряжение питания 12 В в выходное – величиной (2..3) кВ. Необходимыми требованиями блока формирования высокого напряжения являются

быстрое переключение полярности высокого напряжения за время не превышающее 10 мс, низкая потребляемая мощность, компактность, низкая стоимость, надежность конструкции, управление сигналами логического уровня (формируемыми микроконтроллером).

Для обеспечения требуемого времени переключения процесс разбивается на 3 последовательные фазы (мультифазное управление, рис.5). Во время фазы 1 открываются все высоковольтные ключи в блоке высокого напряжения, что позволяет максимально быстро разрядить электрические емкости. Длительность данной фазы составляет около 2 мс. Во время второй фазы высоковольтный трансформаторный преобразователь работает в форсированном режиме, пока уровень высокого напряжения не достигнет номинального (требуемого) значения. Это позволяет заряжать электрические емкости с максимальной скоростью. Длительность данной фазы составляет порядка 8 мс и зависит от уровня высокого напряжения HV. Во время фазы 3 управляющее напряжение высоковольтного преобразователя снижается до номинального уровня, чтобы поддерживать необходимое напряжение HV.



I - фаза
переключения 1

II - фаза
переключения 2

III - фаза
переключения 3

Рис. 5. Временная структура мультифазного управления переключением высокого напряжения.

При разработке коллекторного блока необходимо учитывать влияние высоковольтного блока на входной ток усилителя, который рассчитывается по формуле:

$$I = \frac{\partial Q}{\partial t} = \frac{\partial CU}{\partial t} = U \frac{\partial C}{\partial t} + C \frac{\partial U}{\partial t} \quad (1)$$

механические пульсации
вибрации напряжения

Первый член формулы (1) характеризует механические вибрации, второй – пульсации напряжения. Снижение влияния вибрационной составляющей достигалось путем повышения механического импеданса конструкции, улучшающего сопротивление к механическим вибрациям (не рассматривается в данной диссертации). Традиционный подход к обеспечению малых пульсаций напряжения на защитной сетке коллектора основан на применении электрических емкостей (конденсаторов) большого номинала (рис.6а). Это ограничивает возможность быстрого переключения напряжения (полярности) при реализации режима попеременного детектирования отрицательных и положительных ионов,

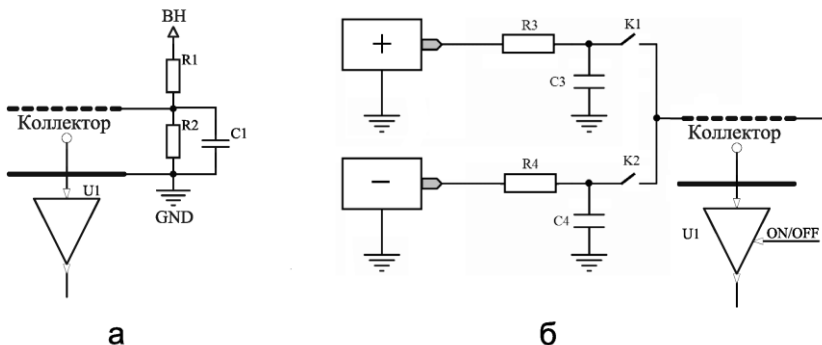


Рис. 6. Принципиальная схема формирования напряжения на защитной сетке коллектора (а) - в однополярной системе, (б) - в двухполярной системе (с дополнительными генераторами).

поскольку присутствует RC-цепь с большой постоянной времени (R1, R2, C1). Для решения данной проблемы используется дополнительный генератор (рис.6б) формирования высокого напряжения на защитной сетке (который позволяет исключить медленную RC-цепь), реализованный на основе двух независимых управляемых источников напряжения, для положительной и отрицательной полярностей, оснащенных RC-фильтрами для ограничения пульсаций и дрейфа

выходного напряжения и ключом для коммутации на защитную сетку при переключении полярности, что позволяет обеспечить двухполярный режим работы прибора. При этом модули величин напряжения на защитной сетке могут отличаться в отрицательном и положительном режимах для обеспечения гибкой настройки электрического поля в области коллектора.

Принципиальной проблемой работоспособности коллекторного блока является эффект диэлектрической абсорбции (диэлектрическое поглощение). В классической конструкции (рис.7а) между кольцом дрейфовой камеры и коллектором расположен диэлектрик, в котором после изменения напряжения достаточно долго могут протекать остаточные поляризационные токи (десятки миллисекунд даже для качественного диэлектрика), частично попадающие на коллекторный электрод.

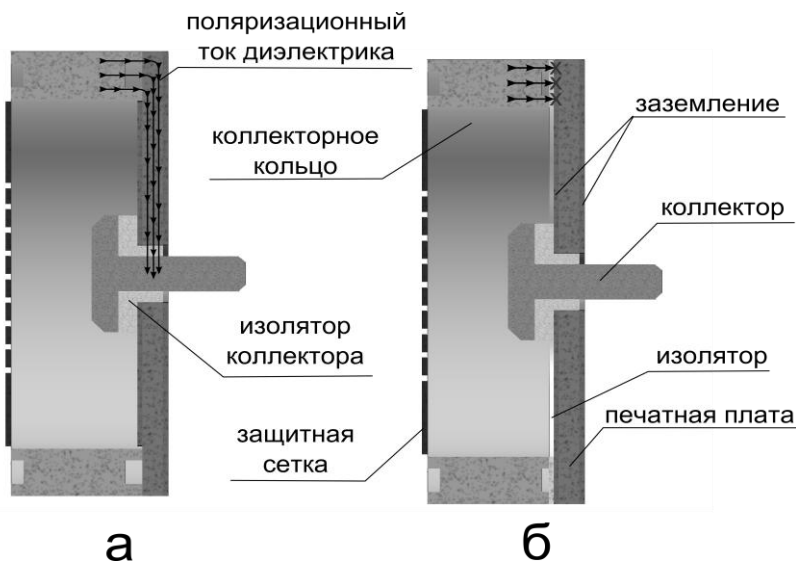


Рис. 7. Разрез коллекторного узла (а) классической конструкции, (б) усовершенствованной конструкции.

Изменение конструкции (рис.7б) путем введения заземленных металлических полигонов препятствует перезаряду диэлектрика при изменении полярности и исключает попадание паразитных токов на коллекторный электрод.

В четвертой главе приведено описание системы управления двухполярным спектрометром ионной подвижности. Данная система

обеспечивает синхронизацию электронных блоков и формирует импульсы с заданной временной структурой в рамках спектрометрического цикла (рис.8). При этом в отличие от однополярного прототипа осуществляется комплексное управление различными блоками в условиях их взаимного влияния друг на друга, а также в режиме взаимодействия параллельных информационных потоков, что обеспечивает более сложный алгоритм управления двухполярным спектрометром ионной подвижности.

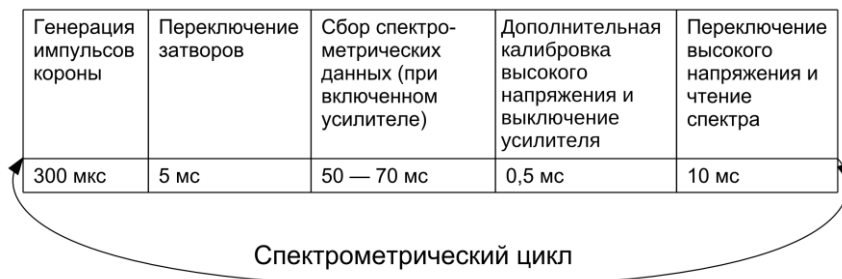


Рис.8. Структура спектрометрического цикла.

Спектрометрический цикл начинается с процесса генерации импульсов коронного разряда [3, патент РФ № 2439738], которые продолжаются в течение 300 мкс. После этого формируется последовательность управления ионными затворами, выполняющими переключение, остановку и инжекцию ионного сгустка в зависимости от заданного алгоритма. Далее усилитель ионного тока переводится в активный режим, и в течение (50 .. 70) мс идет сбор спектрометрических данных (спектрометрия). После процесса спектрометрии усилитель переводится в пассивный режим и проводится очередная калибровка уровня высокого напряжения. Далее в течение 10 мс выполняется передача спектрометрических данных и одновременно переключение полярности высокого напряжения. По завершению начинается следующий спектрометрический цикл.

Основное требование к системе синхронизации – точное соблюдение временных интервалов. Система управления формирует сигналы управления для блоков сбора и обработки спектрометрических данных, ионного источника и затворов, высоковольтных блоков и др.

Разработанная система позволяет осуществлять управление двухполярным спектрометром ионной подвижности, а также аналогичным классом устройств, таких как спектрометр приращения ионной подвижности (с плоскими и цилиндрическими камерами), спектрометр ионной подвижности с ионной ловушкой, спектрометр ионной подвижности с несущей волной, спектрометр ионной

подвижности с поперечной модуляцией, (и т.п.), что вносит вклад в развитие целого класса подобных приборов и устройств.

Временная диаграмма работы коронного источника представлена на рис.9. Система управления формирует последовательность из нескольких серий разрядных импульсов. Возможна регулировка длительности подачи высоковольтного сигнала на острия источника ионизации $T_{\text{акт}}$, временного интервала между такими импульсами $T_{\text{пас}}$, а также изменение количества импульсов в серии и длительность интервала между сериями импульсов.

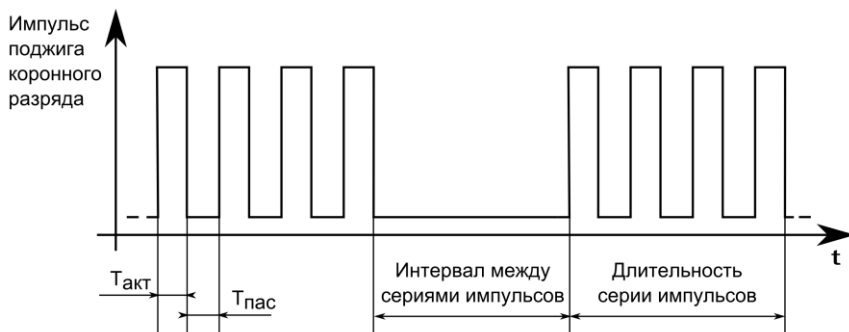


Рис.9. Временные диаграммы управляющих импульсов коронного разряда.

Для улучшения параметров детектирования необходимо поддерживать в дрейфовой камере заданные уровни температуры, влажности, давления и величины газовых потоков. Обеспечение мониторинга условий в дрейфовой камере и температуры обслуживающих узлов реализуется посредством ряда датчиков, требующих циклического опроса. В приборе применяются цифровые датчики температуры, давления, влажности с I2C интерфейсом.

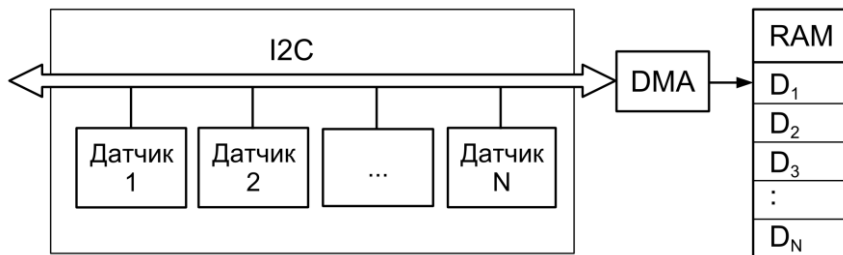


Рис.10. Структура системы опроса датчиков.

Структура системы опроса датчиков показана на рис.10, где DMA и RAM функциональные блоки управляющего микроконтроллера. Контроллер прямого доступа к памяти (DMA) позволяет передавать информацию, полученную из датчиков, минуя процессорный модуль микроконтроллера. Полученные данные заполняют структуру в оперативной памяти RAM. Использование этого механизма существенно повышает пропускную способность и увеличивает производительность микроконтроллерной системы сбора данных и управления.

Система управления периодически проводит самодиагностику прибора для проверки работоспособности и защиты электронных блоков. Большинство параметров имеет диапазон нормальной работы. При выходе за пределы диапазона и достижении критического значения система может предпринять следующие действия: сигнализировать в главную программу об ошибке, отключить блок или устройство, заблокировать нерабочий канал, или полностью выключить прибор. Разработанный высокоэффективный подход обеспечивает контроль и повышает надежность функционирования элементов двухполярного спектрометра ионной подвижности.

Пятая глава посвящена экспериментальной апробации двухполярного спектрометра ионной подвижности с элементами, разработанными в рамках данной работы.

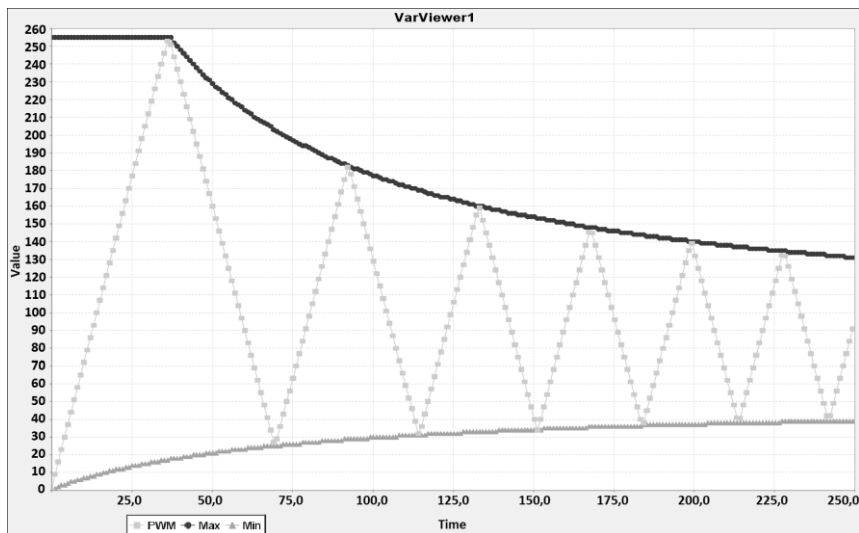


Рис.11. График алгоритма стабилизации температуры.

Новые алгоритмы управляющей системы позволили улучшить ряд параметров прибора. Для обеспечения достоверных результатов работы спектрометра необходима высокая точность стабилизации температуры дрейфовой камеры, которая составляла в прототипе $\pm 3^{\circ}\text{C}$ на уровне 100°C . Ограничения точности поддержания температуры были связаны с проявлением значительного влияния времени распространения теплового фронта от нагревателя к датчику температуры и использованием импульсного алгоритма регулирования.

Результаты моделирования нового алгоритма стабилизации температуры показаны на рис.11. (данные получены с помощью программы `stm-studio`). В памяти микроконтроллера хранятся значения текущей мощности нагрева, максимальной и минимальной границы мощности. В процессе стабилизации температуры алгоритм последовательно сближает уровни максимальной и минимальной границы, что обеспечивает сходимост значения температуры в достаточно узкий диапазон. Кроме того учитывается темп изменения температуры, от этого зависит скорость сближения границ. В результате повышается точность стабилизации температуры до $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$, что позволяет повысить достоверность детектирования веществ.

Ключевым направлением развития прибора являлась реализация двухполярного режима. Для оценки характеристик спектрометра ионной подвижности был проведен совместный анализ спектрограмм отрицательных и положительных ионов в двухполярном режиме, позволяющий сделать общий вывод о параметрах прибора. Детектирование веществ проводилось на четырех тестовых веществах: два для положительных и два для отрицательных ионов.

Спектрограммы, полученные с помощью разработанного двухполярного прибора, показаны на рис.12. На рисунке представлены снимки экранов главной программы, в которой было произведено детектирование веществ: молочной кислоты (LACT), триацетина (AC), нитроглицерина (NG) и новокаина (PROC).

Формы спектров, амплитуды и общая структура пиков совпадают с получаемыми ранее спектрограммами с помощью классического однополярного прибора, что позволяет сделать вывод о работоспособности разработанного двухполярного спектрометра ионной подвижности.

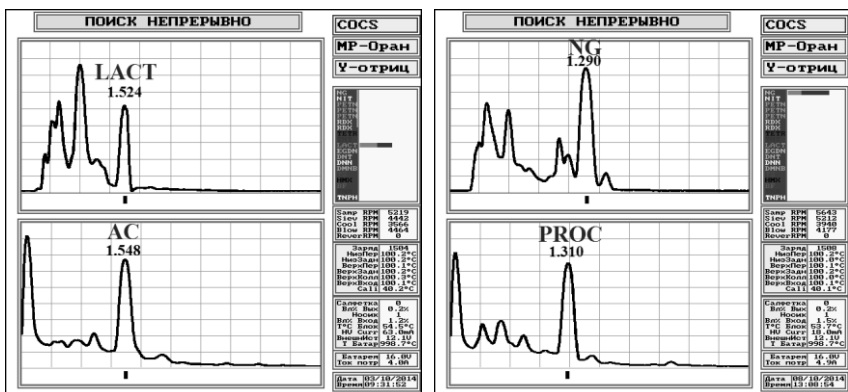


Рис.12. Спектрограммы веществ при работе прибора в двухполярном режиме (верхние спектры – отрицательная полярность, нижние спектры – положительная).

В ходе проведенных исследований была произведена оценка возможности совместного и одновременного обнаружения веществ различных классов. По каждому веществу были определены его приведенная подвижность и предел обнаружения, исследовалось взаимное влияние веществ на характеристики обнаружения. Были оценены воспроизводимость результатов и время реакции на различные классы веществ.

Полученное значение приведенной подвижности молочной кислоты (LACT) составляет $K_0 = 1,52 \text{ см}^2\text{В}^{-1}\text{с}^{-1}$ в спектре отрицательной полярности. По следам молочной кислоты, можно обнаружить присутствие человека (на охраняемых объектах, в спасательных операциях, и др.).

Триацетин (AC), используемый в качестве пищевой добавки, пластификатора, входит в состав сигаретных фильтров; дает устойчивый пик при работе с положительными ионами. Полученная приведенная подвижность триацетина составляет $K_0 = 1,55 \text{ см}^2\text{В}^{-1}\text{с}^{-1}$.

Детектирование нитроглицерина (NG), моделирующего взрывчатые вещества, демонстрирует возможность обнаружения взрывчатых веществ в реальных условиях эксплуатации. Значение приведенной подвижности нитроглицерина $K_0 = 1,29 \text{ см}^2\text{В}^{-1}\text{с}^{-1}$ в спектре отрицательной полярности.

Спектрограмма новокаина (PROC), являющегося общедоступным запрещенным к распространению и хранению веществом, показывает возможность детектирования наркотических веществ. Полученное значение приведенной подвижности новокаина (моделирующего наркотическое вещество) составляет $K_0 = 1,31 \text{ см}^2\text{В}^{-1}\text{с}^{-1}$.

Все подвижности веществ, полученные в режиме попеременного обнаружения с помощью разработанного двухполярного спектрометра ионной подвижности, совпадают с результатами измерений для классического прибора, работающего отдельно в каждой полярности, при использовании одинаковых калибровочных пиков.

Проведенные исследования по обнаружению веществ, моделирующих взрывчатые и наркотические вещества, показали высокую точность обнаружения, стабильность параметров обнаружения при изменяющихся параметрах работы прибора и внешних факторах, пригодность прибора для поиска сверхмалых количеств веществ в реальных условиях. Но особенно важным является совместное детектирование смеси веществ различных классов.

Заключение

В диссертации решена актуальная научно-техническая задача по исследованию и разработке узлов усовершенствованного варианта спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности дрейфового поля для одновременного обнаружения широкого спектра веществ в различных областях применения.

1. Разработан и исследован трансимпедансный усилитель, позволяющий регистрировать сигнал ионного тока в спектрометрическом канале спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности дрейфового поля. Схемотехника усилителя позволяет исключить перенос заряда через цепь управления, компенсировать смещение напряжения на выходе интегрирующего звена и устанавливать начальное напряжение на выходе усилителя на заданный стартовый уровень при подготовке к измерению ионов определенной полярности в необходимом (расширенном) динамическом диапазоне.
2. Предложена и реализована схема формирования напряжения на защитной коллекторной сетке, минимизирующей индуцированный ток от ионного сгустка, позволяющая реализовать стабильную регистрацию сигнала в спектрометрическом канале при быстром переключении полярности дрейфового поля.
3. Предложен и реализован оригинальный способ переключения высокого напряжения в дрейфовой области с использованием мультифазного управления и частотно-компенсированного делителя, что позволяет значительно уменьшить время переходного процесса переключения.

4. Разработана универсальная микроконтроллерная, многопоточная система управления электронными узлами спектрометра ионной подвижности с быстрым переключением полярности. Разработаны алгоритмы работы и взаимодействия электронных блоков двухполярного спектрометра ионной подвижности, позволяющие повысить эффективность обнаружения веществ.
5. Разработан и исследован блок формирования высокого напряжения (до 3 кВ) в дрейфовой области с быстрым (не более 10 мс) электронным переключением полярности, позволяющий реализовать попеременное, непрерывное детектирование положительных и отрицательных ионов.
6. Предложен и реализован принцип, позволяющий исключить попадание паразитных поляризационных токов на коллекторный электрод, что устраняет искажение ионного спектра и обеспечивает двухполярный режим работы прибора.
7. Разработан универсальный стенд для тестирования усилителей-детекторов (применяемых во многих областях), позволяющий генерировать сигналы различной формы и амплитуды в диапазоне пикоамперных токов для исследования частотных и шумовых параметров.
8. Проведена экспериментальная апробация работы двухполярного спектрометра ионной подвижности по одновременному детектированию веществ. На основании сравнения полученных значений подвижностей ионов со значениями, определенными ранее классическим прибором, показана корректность детектирования и возможность использования двухполярного прибора для поиска сверхмалых количеств веществ в реальных условиях.

Список работ, опубликованных по теме диссертации

Патенты РФ:

1. Беляков В.В., Громов Е.А., Головин А.В. Устройство преобразования ионного тока спектрометра ионной подвижности. Патент на изобретение № 2625805, приоритет 26 мая 2015г, зарегистрировано 19 июля 2017г.
2. Беляков В.В., Громов Е.А., Головин А.В. Устройство формирования напряжения на защитной сетке коллектора ионного тока спектрометра ионной подвижности. Патент на изобретение № 2638824, приоритет 11 мая 2016г, зарегистрировано 18 декабря 2017г.
3. Беляков В.В., Першенков В.С., Громов Е.А., Васильев В.К. Способ поджига коронного разряда в ионном источнике спектрометра ионной подвижности.

Патент на изобретение № 2439738, приоритет 11 марта 2010г., зарегистрировано 10 января 2012г.

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ:

1. Громов Е.А., Беляков В.В., Варламов Н.В., Першенков В.С., Шуренков В.В. Система управления коронным разрядом с модуляцией поля в ионном источнике спектрометра ионной подвижности // Датчики и системы, № 6, 2011 г. – с. 21-25.
2. Головин А.В., Беляков В.В., Васильев В.К., Малкин Е.К., Громов Е.А., Першенков В.С. Приборы и системы для спектрометрии ионной подвижности // Датчики и системы, № 6, 2011 г. – с. 1-11.
3. В.В. Беляков, Н.В. Варламов, В.К. Васильев, Е.А. Громов, А.В. Головин, Е.К. Малкин, А.М. Никитин, В.С. Першенков, А.Д.Тремасов, В.В. Шуренков, Ю.Р. Шалтаева, А.А. Филипенко. Использование источников рентгеновского, ультрафиолетового излучения и коронного разряда в спектрометрии ионной подвижности // Ядерная физика и инжиниринг, 2011, том 2, № 6, с. 529–537
4. Головин А.В., Беляков В.В., Малкин Е.К., Громов Е.А., Першенков В.С. Конструирование малогабаритного спектрометра ионной подвижности на основе технологии печатных плат // Датчики и системы, № 11, 2012 г. – с. 45-50.
5. Копылов Ф.Ю., Сыркин А.Л., Чомахидзе П.Ш., Быкова А.А., Шалтаева Ю.Р., Беляков В.В., Першенков В.С., Смотаев КН., Головин А.В., Васильев В.К., Малкин Е.К., Громов Е.А., Иванов И.А., Липатов Д.Ю., Яковлев Д.Ю. Перспективы диагностики различных заболеваний по составу выдыхаемого воздуха Клиническая медицина. 2013. Т. 91. № 10. С. 16-21.
6. Громов Е.А., Шалтаева Ю.Р., Головин А.В., Беляков В.В., Першенков В.С. Оптимизация условий ионизации парогазовых смесей импульсным коронным разрядом в спектрометре ионной подвижности // Ядерная физика и инжиниринг, 2014, том 5. № 7-8. С. 655.

Публикации в изданиях, индексируемых в Scopus и Web of Science:

1. Golovin, A.V., Belyakov, V.V., Vasilyev, V.K., Malkin, E.K., Gromov, E.A., Pershenkov, V.S. The sampling unit of ims device for detection of trace amount substances on human fingers and documents. (2012) Proc. Of the 21th International Conference on ion Mobility Spectrometry July 22-27 2012, Orlando, Florida, USA
2. Golovin, A.V., Belyakov, V.V., Vasilyev, V.K., Malkin, E.K., Gromov, E.A., Pershenkov, V.S. The methods of air sample preparation during human breath detection by ion mobility spectrometry technique. (2012) Proc. Of the 21th International Conference on ion Mobility Spectrometry July 22-27 2012, Orlando, Florida, USA
3. Kopylov Ph.Yu., Syркиn A.L., Chomakhidze P.Sh., Shaltaeva Yu.R., Pershenkov V.S., Samotaev N.N., Gromov E.A., Pathology diagnostics by human breath analyze // (2013) Klinicheskaiа meditsina, pp. 16-21.

4. N. Samotaev, A. Golovin, V. Vasilyev, E. Malkin, E. Gromov, U. Shaltaeva, A. Mironov, IMS development at NRNU MEPhI // (2014) Lecture Notes in Electrical Engineering, 268 LNEE, pp. 447-451, Volume 268.
5. Kopylov Ph.Yu., Syrkin A.L., Chomakhidze P.Sh., Shaltaeva Yu.R., Gromov E.A., Pershenkov V.S., Samotaev N.N. Breath acetone in diagnostic of heart failure // (2014) European Journal of Heart, pp. 177-177.
6. N. Samotaev, V. Belyakov, V. Pershenkov, E. Gromov, A. Golovin, E. Malkin, I. Ivanov, Y. Shaltaeva System for synchronous detection trace of explosives and drags substances on human fingers // (2015) Procedia Engineering, pp. 1050-1053.
7. V. Pershenkov, N. Samotaev, E. Gromov, V. Belyakov, A. Golovin, E. Malkin, Y. Shaltaeva Engineering competitive education using modern network technologies in the NRNU MEPhI // 2015 IEEE Workshop on Environmental, Energy, and Structural Monitoring Systems, EESMS 2015, pp. 39-43.
8. V. Belyakov, A. Golovin, E. Gromov, V. Pershenkov, Y. Shaltaeva, V. Vasilyev, N. Samotaev, E. Malkin, V. Shurenkov Management of ionization source based on a pulsed corona discharge // (2016) Volume 170 of the series Lecture Notes of the Institute for Computer Sciences, Social Informatics and Telecommunications Engineering pp. 260-268.
9. V. Pershenkov, N. Samotaev, E. Gromov, A. Golovin, Y. Shaltaeva Methods for the Self Calibration of Ion Mobility Spectrometer // (2016) Procedia 3rd International Conference on Nanotechnologies and Biomedical Engineering Volume 55 of the series IFMBE Proceedings pp. 551-555.

Статьи и материалы конференций:

1. Громов Е.А. Разработка программно-аппаратного USB интерфейса для спектрометра ионной подвижности // С.78 Научная Сессия МИФИ-2009. – 280 с.
2. Громов Е.А. Разработка системы управления источником высокого напряжения с интеллектуальным мониторингом для спектрометра ионной подвижности // С.109 Научная Сессия МИФИ-2010. – 344 с.
3. Громов Е.А. Разработка программно-аппаратного USB интерфейса для спектрометра ионной подвижности на базе FT2232 // С.254-257 ТРУДЫ НАУЧНОЙ СЕССИИ НИЯУ МИФИ-2010. В 6 томах. Том II. М.: НИЯУ МИФИ, 2010. – 264 с.
4. Беляков В.В., Головин А.В., Васильев В.К., Громов Е.А., Малкин Е.К. Опыт работы в лаборатории молодежного инновационного предпринимательства // С.218 Научная Сессия МИФИ-2010. – 266 с.
5. Громов Е.А. Способ поджига коронного разряда с модуляцией поля в ионном источнике спектрометра ионной подвижности.//С.35, Программа - VIII Курчатовская молодежная научная школа 22-25 ноября 2010г.
6. Громов Е.А. Создание модуля для тестирования усилителей спектрометров ионной подвижности // С.125 Научная Сессия МИФИ-2011. – 280 с.

7. Gromov Evgeniy. Ignition method of corona discharge with modulation of the field in ion source of ion mobility spectrometer // International Conference on Nanotechnologies and Biomedical Engineering , Chişinău, Republic of Moldova, 2011.
8. Громов Е.А., Касков С.Ю., Тайдаков Л.О. «Интеграция спектрометра ионной подвижности с современными компьютерными системами.» // 16 международная телекоммуникационная конференция молодых учёных и студентов «Молодёжь и наука» НИЯУ МИФИ, автоматизированные системы обработки информации и управления, 1 октября 2012г.
9. Громов Е.А. Разработка зарядного устройства для спектрометра ионной подвижности // С.129 Научная Сессия МИФИ-2012. Т.1. ИТ системы. М.: НИЯУ МИФИ, 2012. – 308 с.
10. E. A. Gromov, Y.R. Shaltaeva, V.S. Pershenkov, A.V. Golovin, Detection of Trace Concentration of Explosives on Human Fingers and Documents Using Ion Mobility Spectroscopy // 2014 Global Conference On Polymer And Composite Materials (PCM 2014) May 27-29, Ningbo, China; Sept. 2014, Vol. 3 Iss. 3, PP. 130-138
11. Матуско М.А., Громов Е.А., Беяков В.В., Липатов Д.Ю., Реализация универсальной системы индикации и управления на основе графического и ARM контроллеров // С.110 Научная Сессия МИФИ-2015. – 288 с.