

ке длиной 3 м. Первым в схеме хроматографа располагается источник подвижной фазы — баллон с газом-носителем (ПБ). В качестве газа-носителя выбран неон, так как его температура кипения ниже температуры жидкого азота, а коэффициент теплопроводности имеет существенное отличие от теплопроводности гелия и изотопов водорода. Затем следуют устройства регулирования расхода газа (Д1) и его очистки (ФГО, ФТО). В ФТО, который помещен в термостат с жидким азотом, Ne проходит дополнительную очистку от тяжелых примесей, в том числе и от воды.

Для ввода анализируемой пробы в хроматографическую колонку на ее входе установлен кран-дозатор (КД). В нем Ne подхватывает из петли объемом, равным $0,16 \text{ см}^3$, анализируемую пробу газа и попадает в разделительную колонку К. Колонка помещена в термостат с жидким азотом. Наполнителем колонки является Al_2O_3 (120—150 мкм). После разделения газ выходит из колонки в последовательности ${}^3\text{He} \rightarrow \text{H}_2 \rightarrow \text{HD} \rightarrow \text{HT} \rightarrow \text{D}_2 \rightarrow \text{DT} \rightarrow \text{T}_2$ и проходит через измерительную камеру детектора по теплопроводности ДТП и далее через проточную ионизационную камеру. При этом газ-носитель проходит сравнительную и измерительную камеры ДТП последовательно, без разветвления (см. рис. 1) на две линии для того, чтобы избежать дополнительных регулировок при стабилизации параллельных потоков во времени. Из ионизационной камеры через дроссель Д2 газ покидает аналитический блок БА и попадает в блок утилизации БУ.

СИСТЕМА ИЗМЕРЕНИЯ И УПРАВЛЕНИЯ РАДИОХРОМАТОГРАФОМ

Система измерения и управления радиохроматографом РХТ-03 базируется на персональном компьютере и промышленных сертифицированных модулях серии I-7000 фирмы ICP-DAS (рис. 2). Измерительные и управляющие модули подключаются к компьютеру двухпроводной линией связи через преобразователь интерфейса RS-232/RS-485 типа I-7520.

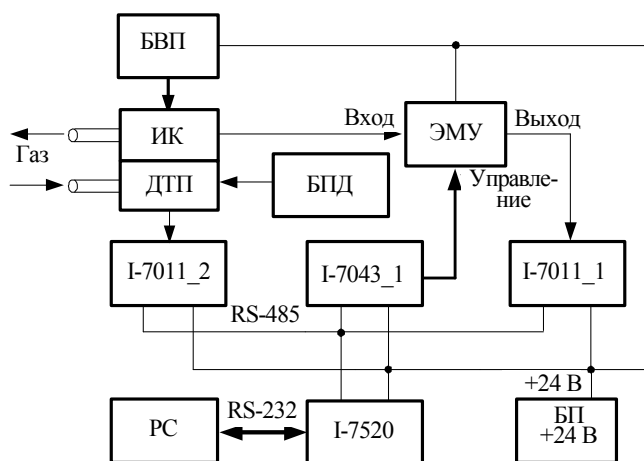


Рис. 2. Структурная схема системы измерения и управления радиохроматографом: БПД — блок питания датчика теплопроводности; БВП — блок высоковольтного питания от +200 до +400 В; ИК — проточная ионизационная камера; ДТП — датчик по теплопроводности; ЭМУ — электрометрический усилитель; БП +24 В — блок питания +24 В; I-7011_1, I-7011_2 — модули аналогового ввода; I-7043_1 — модуль дискретного вывода; I-7520 — модуль преобразователя интерфейса RS-232/RS-485; PC — персональный компьютер

Измерение основано на совместной регистрации сигнала с датчика теплопроводности и ионизационного тока, создаваемого β -излучением трития во внутреннем объеме проточной ионизационной камеры.

При поступлении из разделительной колонки в датчик теплопроводности смеси газа-носителя с гелием и изотопами водорода, теплопроводность которых отличается от теплопроводности газа-носителя, температура и сопротивление спиралей чувствительных элементов в измерительных камерах изменяются. Это приводит к разбалансу измерительной мостовой схемы. Сигнал с диагонали моста ДТП регистрируется модулем аналогового ввода I-7011_2 (см. рис. 2) с точностью 0,05%. На рис. 3, а приведена кривая, зарегистрированная при помощи датчика теплопроводности.

На рис. 3, б изображен начальный участок кривой, дающий представление об уровне шума измерительного канала с датчиком теплопроводности. При этом собственный шум модуля аналогового ввода не превышает $\pm 1 \text{ мкВ}$.

При работе радиохроматографа с ионизационной камерой используется усилитель с электрометрическим входным каскадом. Хотя линейный диапазон усилителя достаточно велик (10^5), он не перекрывает всего диапазона тока (от 10^{-14} до 10^{-6} А).

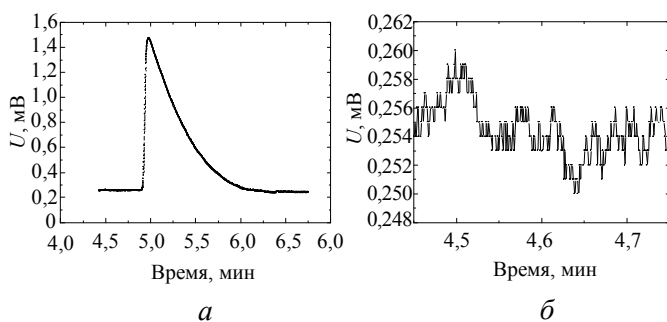


Рис. 3. Сигналы, регистрируемые с датчика теплопроводности: а — форма сигнала; б — шумовая характеристика

Поэтому в усилителе предусмотрено переключение чувствительности по входу, реализуемое при помощи блока управления с оптоэлектронными развязками и модуля цифрового вывода I-7043_1 по командам с компьютера [7].

На рис. 4, а показан шум канала измерения тока ионизационной камеры на самом чувствительном диапазоне усилителя. Он составляет $5 \cdot 10^{-14}$ А (см. рис. 4, а), температурный дрейф при этом 0,02%/град. На остальных диапазонах температурный дрейф незаметен.

Поскольку точное изготовление резисторов входного делителя усилителя с сопротивлением до 1 ГОм затруднительно, практически невозможно добиться точного соответствия коэффициентов переключения чувствительности (диапазонов) по своим номиналам. Это означает, что каждый электрометрический усилитель имеет свои уникальные коэффициенты. Поэтому для калибровки электрометрических усилителей был специально разработан калибратор (рис. 5).

Калибратор представляет собой источник низких токов, который выдает несколько фиксированных и достаточно точно измеренных значений токов. Калибратор питается прецизионным источником напряжения V . Кроме того, калибратор имеет два режима работы: статический и динамический. Динамический режим применяется для сшивки диапазонов (см. рис. 4, б) и проверки режимов переключения при разряде емкости C_1 . Перед калибровкой емкость заряжается. При разряде конденсатора ток с течением времени падает по закону

$$I = \frac{U}{R_i \exp(-t/\tau)} \quad (1)$$

с постоянной времени разряда

$$\tau = R_5 C_1. \quad (2)$$

ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ РАДИОХРОМАТОГРАФОМ И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ

Программное обеспечение хроматографа разработано на базе пакета CRW-DAQ. Программа обеспечивает управление сбором данных, обработку аппаратных кривых датчика теплопроводности и ионизационной камеры, расчет молекулярного состава смеси и сохранение как первичных данных, так и конечных результатов анализа.

На рис. 6 показан общий вид графического интерфейса программы, который реализован в виде активных мнемосхем. Основная мнемосхема ****_HRM_CONTROL_**** (рис. 6) содержит элементы для управления режимами работы хроматографа. Измеряемые параметры отображаются в графической форме в режиме реального времени.

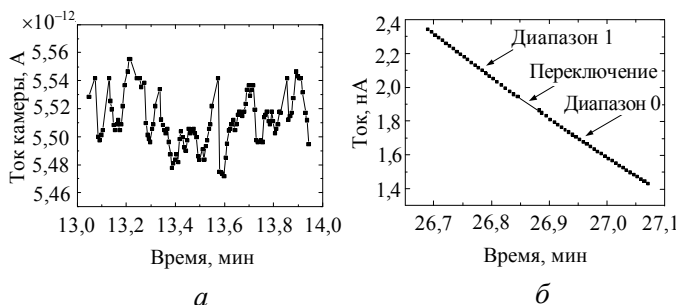


Рис. 4. Характеристики тока ионизационной камеры: а — шум тока камеры; б — сшивка при переключении диапазонов

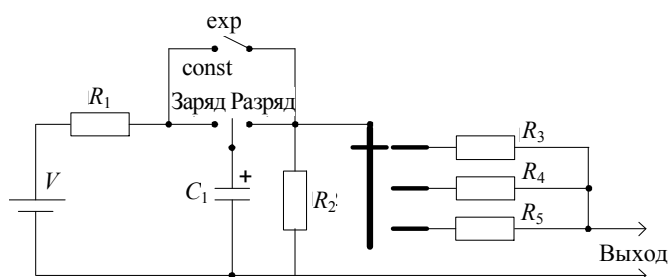


Рис. 5. Функциональная схема калибратора

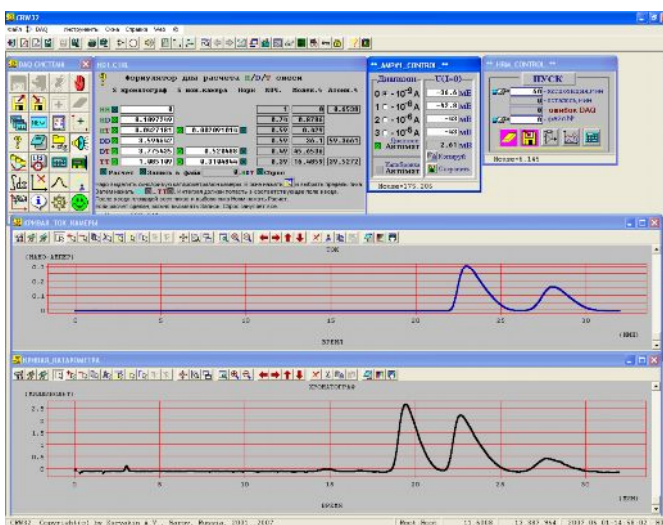


Рис. 6. Вид загруженной программы хроматографического анализа

Для расчета состава газовой смеси по пикам датчика теплопроводности (катарометра) и ионизационной камеры служит специальный формулятор HDT CTRL (см. рис. 6). Определение количества вещества во введенной пробе в газовой хроматографии требует измерения площади пика и знания чувствительности детектора к этому веществу.

Вычисления концентраций компонентов анализируемой газовой смеси и ее изотопный и молекулярный состав производятся в следующем порядке. В общем виде считается, что существуют 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

$$C_i = \frac{K_i S_i^{\text{kat}}}{\sum_{i=\text{HH}}^{\text{TT}} K_i S_i^{\text{kat}}} 100, \quad (3)$$

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.

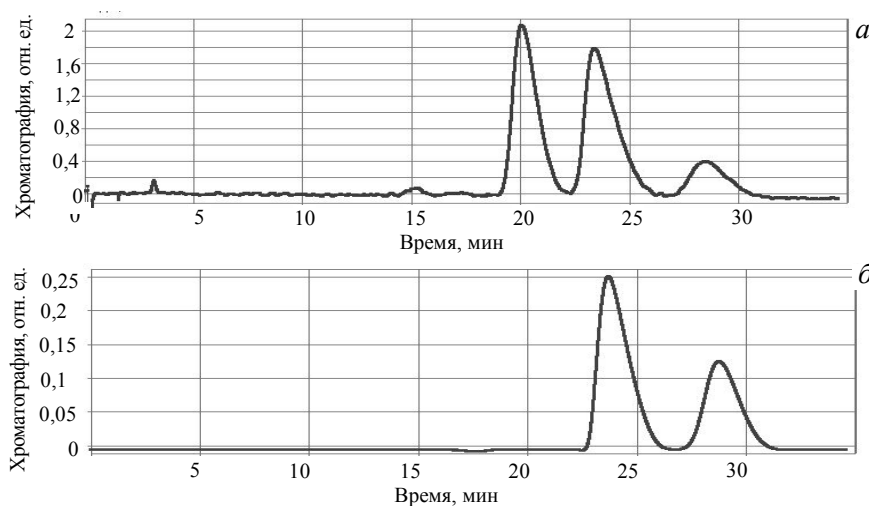
Эти коэффициенты соответствуют площадям пиков, регистрируемых ДТП при прохождении одинакового количества газовой пробы разных молекулярных форм [7], и равны $K_{\text{He}}/K_{\text{HH}}/K_{\text{HD}}/K_{\text{HT}}/K_{\text{DD}}/K_{\text{DT}}/K_{\text{TT}} = 0,57/1,00/0,74/0,59/0,59/0,49/0,39$.

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, т.е. коррекцию пиков HT/DT/TT по ионизационной камере. Перенормировка делается по пику n с максимальной амплитудой, у которого наилучшая точность определения площади.

Для $I = 0—2 = \text{HT/DT/TT}$ коррекция делается по формуле

$$C_i^{\text{cor}} = C_n^{\text{kat}} \frac{C_i^{\text{ion}}}{C_n^{\text{ion}}}, \quad (4)$$

где



$$C_i^{\text{ion}} = \frac{S_i^{\text{ion}}}{K_i^{\text{ion}}} \quad (5)$$

— концентрация i -го пика кривой камеры; n — выбранный для коррекции пик HT, DT или TT. Для He/HH/HD/DD коррекция не проводится, т.е.

$$C_i^{\text{cor}} = C_i^{\text{kat}}. \quad (6)$$

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

$$C_i^{\text{res}} = \frac{C_i^{\text{cor}}}{\sum_{i=\text{He}}^{\text{TT}} C_i^{\text{cor}}}. \quad (7)$$

Рис. 7. Результат хроматографического анализа газовой смеси H/D/T, проведенный 26 апреля 2007 г.: а — график кривой катарометра; б — график кривой тока ионизационной камеры

	S пика катарометра	S пика камеры	Молекулярный, %	Изотопный %	КОЧ
H ₂	0	—	0,0000	0,6538	1,00
HD	0,10972496584	—	0,8786	—	0,74
HT	0,04271811973	0,00209101	0,4219	—	0,59
D ₂	3,59464226843	—	30,1021	53,3661	0,59
DT	3,77543518966	0,52048828	45,6536	—	0,49
T ₂	1,08510944581	0,31048447	22,4859	45,5272	0,39
Нормировка по пику DT					

Результат анализа сохраняется в текстовом файле. В качестве примера на рис. 7 представлен фрагмент текстового файла с конечным результатом хроматографического анализа газовой смеси на установке «Тритон» во время эксперимента по мюонному катализу [5, 6].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для анализа водородосодержащих газовых смесей H/D/T во ВНИИЭФ был разработан радиохроматограф, включающий в себя два детектора: проточную ионизационную камеру и датчик теплопроводности. Работоспособность хроматографа была проверена как в лабораторных условиях, так и при эксплуатации в составе комплекса «Тритон» в ОИЯИ (г. Дубна) [5, 6].

Использование системы контроля и управления узлами хроматографа и программы обработки на базе персонального компьютера максимально снижает роль оператора и увеличивает производительность, что особенно удобно при проведении рутинных анализов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Genty C., Schott R. — Analytical Chemistry, 1970, vol. 42, № 1, p. 7.
2. Марков А.А., Медведев В.И., Соколов Г.Л., Чернов Н.Н. Количественный анализ стабильных изотопов и ядерно-магнитных изомеров водорода методом газовой хроматографии: Препринт ЛИЯФ-724. — Гатчина, 1981.
3. Другов Ю.С., Конопелько Л.А. Газохроматографический анализ газов. — М.: Моимпекс, 1995.
4. Vom V.R., Demin A.M., Demin D.L. et al. Experimental investigation of muon-catalyzed *dt* fusion in wide ranges of D/T mixture conditions. — ЖЭТФ, 2005, т. 127, вып. 4.
5. Юхимчук А.А., Апасов В.А., Виноградов Ю.И., Голубков А.Н. и др. Комплекс газового обеспечения экспериментов по мюонному катализу ядерных реакций синтеза. — Приборы и техника эксперимента, 1999, № 6, с. 17—23.
6. Виноградов Ю.И., Арюткин В.С., Курякин А.В. и др. Автоматизированная система контроля и управления комплексом подготовки газовой смеси для экспериментального исследования мюонного катализа ядерных реакций синтеза. — Приборы и техника эксперимента, 2004, № 1.
7. Виноградов Ю.И., Голубков А.Н., Ширнин П.В. и др. Количественный анализ изотопов водорода газовым хроматографом РХТ-2: Препринт РФЯЦ — ВНИИЭФ, 2002. 24 с.
8. Гуревич А.Л., Русинов Л.А., Сягаев Н.А. Автоматический хроматографический анализ. — М.: Химия, 1980. 192 с.

Статья поступила в редакцию 24 марта 2008 г.
Вопросы атомной науки и техники.
Сер. Термоядерный синтез, 2008, вып. 2, с. 93—97.

УДК 621.039.66 + 533.924 + 543.422

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИСТЕНОЧНОЙ ПЛАЗМЫ ТОКАМАКА CASTOR С ПОМОЩЬЮ АБСОРБЦИОННОГО ЗОНДА

М.Е. Ноткин, А.И. Лившиц, И.П. Григориади (Санкт-Петербургский государственный университет телекоммуникаций), Я. Штэкель, М. Хрон (Институт физики плазмы Академии наук Чешской Республики, г. Прага)

Исследовалась абсорбция атомов и ионов водорода абсорбционным зондом из металлов V группы в условиях токамака CASTOR с целью (1) изучения влияния неметаллических покрытий на поверхности материалов, обращенных к плазме, на накопление и рециклинг водорода и (2) разработки метода регистрации и диагностики потока надтепловых водородных частиц. Исследована зависимость абсорбции надтеплого водорода из плазмы токамака от температуры зонда, его расстояния от плазмы, напряжения смещения и длительности импульса плазмы. Продемонстрирована возможность надежной регистрации надтепловых водородных частиц в условиях короткого импульса плазмы и высокого фона молекулярного водорода. Определен состав потока водорода (молекулы, атомы, ионы), падающего на стенку токамака, включая энергетическое распределение ионов.

STUDY OF THE NEAR-WALL PLASMA OF CASTOR TOKAMAK WITH ABSORPTION PROBE. M.E. NOTKIN, A.I. LIVSHITS, I.P. GRIGORIADI, J. STOCKEL, M. HRON. A study has been undertaken of the extra-equilibrium absorption of hydrogen particles by absorption probe (AP) made of group V metals in the CASTOR tokamak environment. The main purposes were: (1) to investigate the role of nonmetallic coatings upon plasma facing materials in D/T inventory and recycling, and (2) to develop a method of the registration and diagnosis of the flux of suprathreshold hydrogen. Absorption of supra-thermal hydrogen particles coming from the tokamak plasma was investigated as a function of AP temperature, AP distance from the plasma, AP bias, and of plasma pulse duration. The possibility of a reliable registration of suprathreshold hydrogen was demonstrated in spite of the short plasma pulse duration and a relatively high background H₂ pressure. Composition of the hydrogen flux (molecules, atoms, ions) impinging on the tokamak walls was analyzed, including the ion energy distribution.