УДК 658.562:621
PACS 82.80 Ms
DOI: https://doi.org/10.24144/2415-8038.2016.39.128-133
О. Папп
Інститут електронної фізики НАН України, вул. Університетська, 21, 88017, м. Ужгород
e-mail: pappalex13@gmail.com

Модернізація системи автоматизації магнітного мас- спектрометра МИ-1201

Наведено опис розробленої сучасної системи автоматизації експерименту з використанням серійного магнітного мас-спектрометра МИ-1201. Проаналізовано недоліки стандартної системи автоматизації мас-спектрометричного експерименту. Критично розглянуто наявну узагальнену блок-схему установки та представлено детальний опис принципу роботи розробленої системи. Отримано мас-спектри амінокислоти триптофану на модернізованому мас-спектрометрі.
Ключові слова: магнітний мас-спектрометр, електронна система, мікроконтролер, АЦП, ЦАП, CAN

Вступ

Магнітні мас-спектрометри МИ-1201 отримали широке застосування в різних дослідницьких установах ще у 70–80-х роках минулого століття [1]. До теперішнього часу деякі блоки цих досить дорогих комплексів застаріли і вичерпали свій ресурс. Тим не менш, сучасні їх варіанти являють собою автоматизовані прилади високого класу.

Для покращення роботи вказаного мас-спектрометра, а саме, для найбільш оптимальної реалізації наявної системи автоматизації приладу, раніше нами було проведено наступні заходи модернізації:

- забезпечення автоматичного керування розгорткою;
- здійснення автоматичного керування процесом іонізації в іонному джерелі мас-спектрометра;
- реалізацію автоматичного керування реєстрацією ряду вимірюваних величин (інтенсивності піків мас-спектрів, відношення маси іонів до їх заряду (m/z), температури джерела молекул).

Реалізована нами система була побудована на базі комп'ютера типу IBM PC з використанням карт розширення з 12-розрядними цифро-аналоговими й аналого-цифровими перетворювачами та спеціально розробленою системою розгортки (ВАТ "SELMI", м. Суми)[2].

Враховуючи швидкий розвиток електронної елементної бази, нами було здійснено суттєву модернізацію системи керування мас спектрометра МИ-1201 з метою підтримання його придатності до реалізації задач сучасного експерименту.

Наявна система автоматизації та її недоліки

На рис. 1, 2 зображено блок-схеми попередньої системи автоматизації [3].

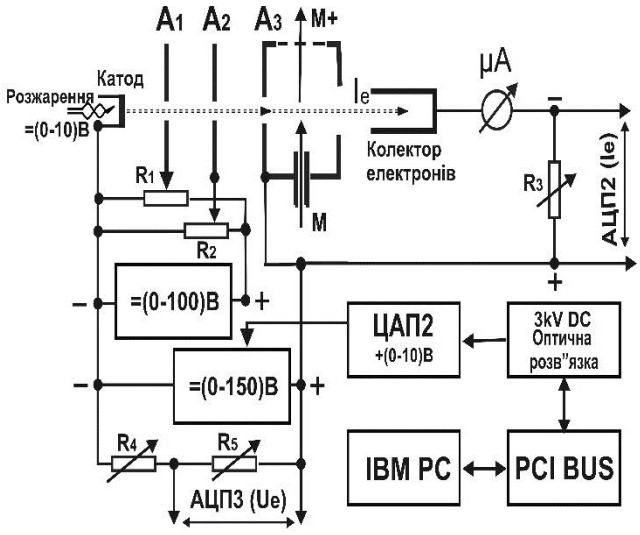

Рис. 1. Блок-схема керування електронною гарматою.

Наведемо основні недоліки наявної системи автоматизації:

- Використання застарілої електронної бази функціональних блоків.

– Недостатня роздільна здатність аналогово-цифрових та цифро-аналогових перетворювачів.
– Відсутність захисту від перенапруг вхідних вимірювальних кіл і, як наслідок, зниження надійності їх роботи.
– Громіздкість блоків керування живленням електронних схем та значний час їх виходу на нормальний режим роботи.

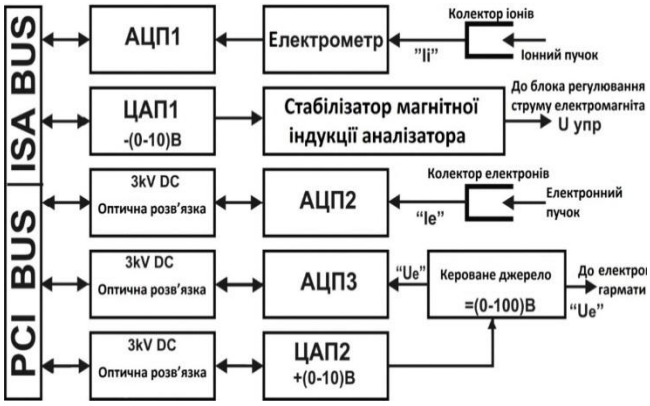

Рис. 2. Блок-схема системи реєстрації.

Архітектура розробленої системи автоматизації

Розроблена система суттєво відрізняється від попередньої, оскільки вона не зв'язана з конкретним комп'ютером (ЕОМ), який є головним керуючим елементом, а є мультиконтролерною (багатопроцесорною) модульною системою. Кожен функціональний модуль системи є закінченим приладом на базі мікроконтролера, що контролює роботу певних аналогових кіл та підключений до єдиної цифрової мережі. Подібні рішення часто застосовуються у сучасній електроніці. У системах такого типу комп'ютер під'єднується виключно за допомогою єдиного інтерфейсу USB і працює тільки з цифровими сигналами, які попередньо вже оброблені відповідними функціональними модулями. Цифрова мережа працює за протоколом Controller Area Network (CAN). CAN (або локальна мережа контролерів, він же CAN-Bus і Інтерфейс CAN) – це стандарт, призначений для організації високонадійних та недорогих каналів зв'язку у розподілених системах керування.

Особливості інтерфейсу CAN:
– Використання послідовного зв'язку між пристроями.
– Підтримка багатьох ведучих пристроїв.
– Компактність.
– Використання дводротової витої пари у якості шини даних.
– Швидкість трансляції 1 Мбіт/с на довжині до 40 м.

Система складається з п'яти автономних модулів. Загальний вид системи приведений на рис.3.

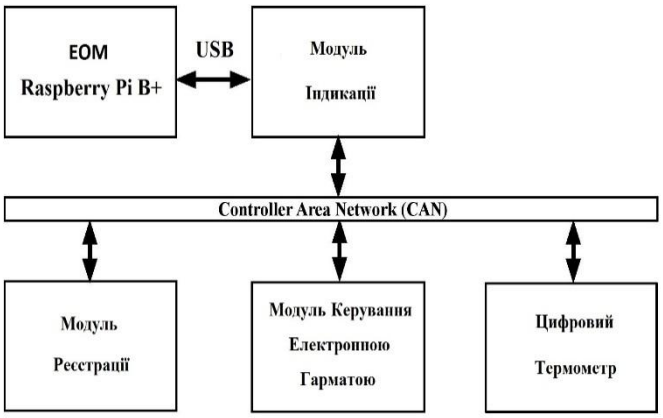

Рис. 3. Загальна блок-схема системи реєстрації.

Особливості системи:
– Усі модулі системи, крім комп'ютера (RaspBerryPi), під'єднані у шину CAN та працюють на швидкості передачі даних 500 кбіт/сек.
– Модуль індикації виступає головним керуючим пристроєм системи та має найвищий пріоритет у CAN мережі.
– Усі модулі оснащені спеціальними промисловими CAN-трансмітерами ADM3054 фірми Analog Devices ADM3054, які мають оптичну розв'язку з максимально допустимою різницею потенціалів 5кВ.
– Головним керуючим елементом кожної системи є 8-розрядний мікроконтролер RISC архітектури AT90CAN64 фірми ATMEL з високою продуктивністю та низькою потужністю споживання.
– Кожен модуль системи при вмиканні проводить алгоритм діагностики та калібрування відповідних аналогових та

цифрових кіл та, за необхідності, вказує на виявлені порушення у їх роботі.

Зупинимось детальніше на кожному модулі системи.

Модуль індикації (рис. 4.) слугує узгодженням між мережею CAN та USB/RS232 інтерфейсами і здійснює контроль усієї системи загалом. Цей модуль оснащений рідкокристалічним монохромним екраном з вбудованим знакогенератором фірми WINSTAR. На індикаторі відображаються основні параметри системи (значення напруг, струмів, температури, стани всіх модулів, тощо), загальним об’ємом у 160 символів. Наявність клавіатури та двох N-кодерів дає можливість змінювати параметри інших модулів не використовуючи комп'ютер, наприклад, змінювати значення напруг джерел живлення електронної гармати.

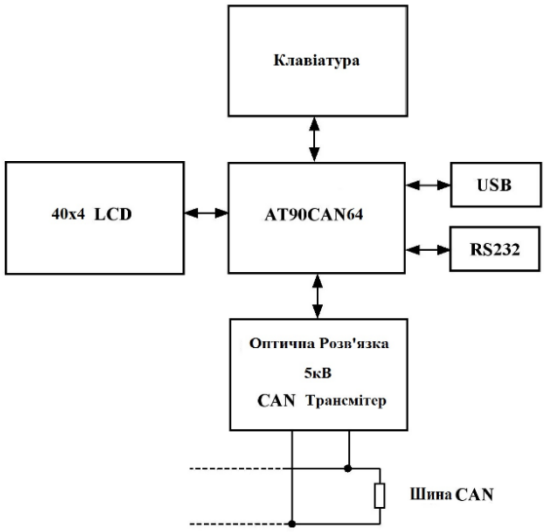

Рис. 4. Блок-схема модуля індикації.

Модуль живлення та керування електронною гарматою (рис. 5.) має три високостабільні джерела напруги з малим внутрішнім опором та діапазоном вихідних напруг 0 – 150 В для живлення електродів гармати, керовані прецизійними 16-розрядними цифро-аналоговими перетворювачами (ЦАП) фірми Texas Instruments DAC8532IDGK, та одне кероване джерело струму з максимальним вихідним струмом 3,5А для живлення нитки розжарення катода. Модуль здійснює контроль усіх напруг та струмів, у тому числі електронного струму емісії, за допомогою прецизійних сігма-дельта аналогово-цифрових перетворювачів фірми Analog Devices AD7705 та AD7793. Аналогові кола виконані з використанням термостабільних операційних підсилювачів фірми Maxim Dallas MAX44252 з мікродрейфом (19нВ/°С), і, як наслідок, відпадає необхідність використовувати в конструкції модулю спеціальні термостати.

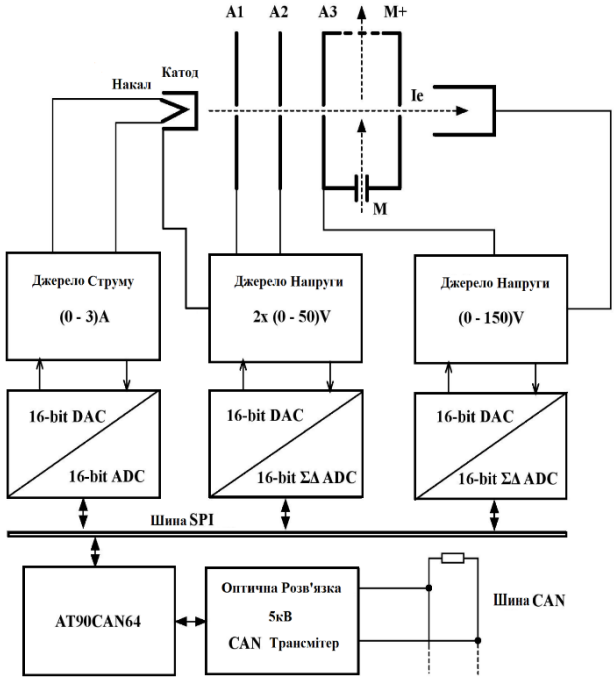

Рис. 5. Блок-схема модуля живлення та керування електронної гармати.

Модуль реєстрації та розгортки (рис. 6.) має 24-розрядний сігма-дельта аналогово-цифровий перетворювач фірми Texas Instruments ADS1222 з цифровим фільтром для вимірювання значення іонного струму, попередньо підсиленого стандартним електрометричним підсилювачем фірми ВАТ "Селмі", та аналогове джерело струму живлення електромагніта аналізатора з максимальним струмом на виході 10А, обладнане термозахистом та захистом від короткого замикання. Розгортка магнітного поля реалізована на 18-розрядному ультралінійному цифро-аналоговому перетворювачі. Для збереження калібрувальних коефіцієнтів використано вбудовану в мікроконтролер енергонезалежну пам'ять.

Пучок молекул у джерелі іонів мас-спектрометра формується ефузійним

методом, тому важливим є точно вимірювати температуру речовини і підтримувати її сталість.

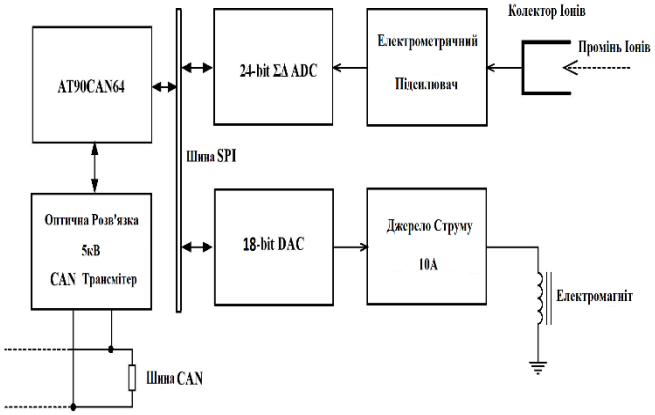

Рис. 6. Блок-схема модуля живлення та керування електронної гармати.

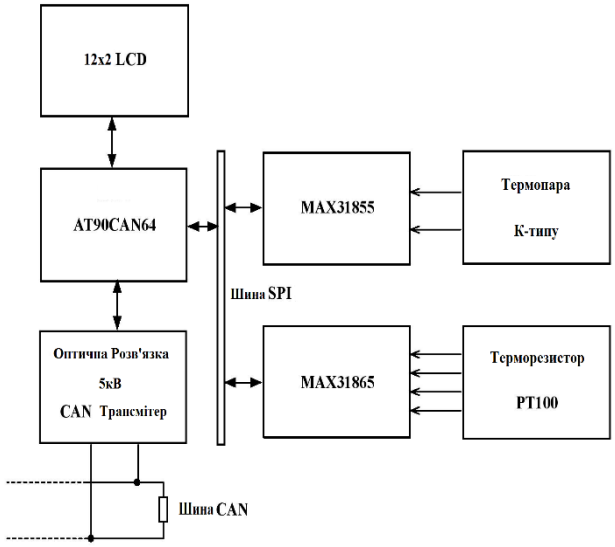

Рис. 7. Блок-схема цифрового термометра.

На Рис. 7. зображено блок-схему цифрового термометра.

Термометр дозволяє вимірювати температуру за допомогою термопари, використовуючи перетворювач MAX 31855 з точністю перетворення вхідного сигналу ±0,25°C у діапазоні від +1800°C до –270°C та абсолютною похибкою ±2°C. Для температурного діапазону від –200°C до +700°C використовувалася термопара К-типу та позистор типу Pt100 з 15-розрядним перетворювачем MAX31865 з максимальною точністю перетворення 0.03125°C. Точність вимірювання температури, враховуючи усі джерела похибок, складала 0,5°C (тобто 0,05% від максимального значення).

Експериментальні вимірювання

На рис. 8, 9 наведені ділянки мас-спектру молекули триптофану, виміряні за допомогою мас-спектрометра МИ-1201 [4].

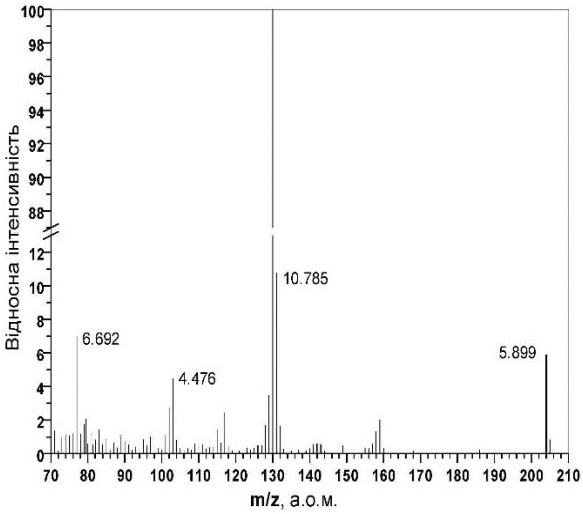

Рис. 8. Загальний вигляд мас-спектра молекули триптофану при температурі джерела молекулярного пучка 120°C. Цифри – відносна інтенсивність піків іонних фрагментів.

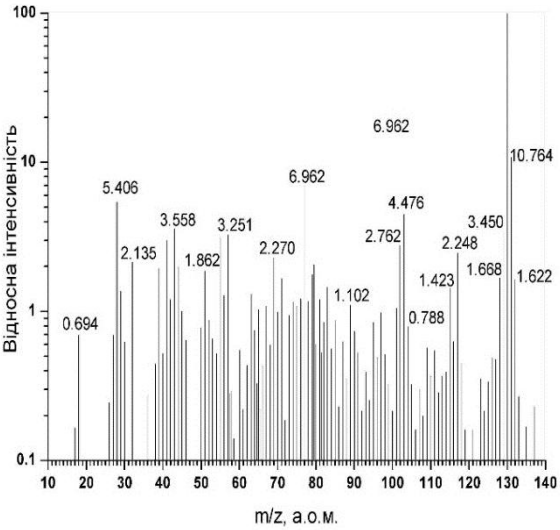

Рис. 9. Початкова ділянка мас-спектра молекули триптофану. Цифри – відносна інтенсивність піків іонних фрагментів.

Як видно з представлених рисунків, мас-спектр досліджуваної молекули характеризується наявністю значного

числа ліній, що свідчить про складність хімічного складу досліджуваної молекули та різноманітність каналів перебігу її фрагментації під дією електронного удару.

З метою вияснення основних механізмів фрагментації вихідної молекули нами були проведені вимірювання порогових енергій появи найбільш інтенсивних іонних фрагментів мас-спектру молекули триптофану. Були визначені значення порогових енергій, що становлять 9,1±0,1 еВ для фрагмента $C_9H_8N^+$ масою m/z = 130 а.о.м. та 8,3±0,1 еВ – для іона вихідної (материнської) молекули $C_{11}H_{12}N_2O_2$ масою m/z = 204 а.о.м. Отримані нами результати знаходяться у хорошій кореляції з наявними даними з порогових енергій появи вказаних іонів, що містяться у базі даних Національного Інституту стандартів США [5]. Відмітимо, що більшість з них була одержана з використанням як електронного, так і фотонного, удару.

Висновки

Розроблена система реєстрації для магнітного мас-спектрометра МИ-1201 дає можливість зробити його автоматизованим приладом високого класу. Нова система автоматизації забезпечила :

– Наявність автоматичних режимів проведення експерименту (сканування спектрів, отримання порогів іонізації іонних продуктів досліджуваної речовини тощо.);
– Підвищення стабільності живлення джерела іонів і, як наслідок, зменшення енергетичного розкиду іонів, покращення стабільності іонного пучка на приймальній щілині детектора у часі.
– Використання сучасної елементної бази з малим температурним дрейфом параметрів дало змогу суттєво скоротити час виходу системи на стабільний режим роботи.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Масс-спектрометр МИ 1201. Руководство по эксплуатации. Сумы. – Завод электронных микроскопов. 1973. – 64 с.
2. Техническое описание СУР к масс-спектрометрам серии МИ 1201. Сумы. – ОАО "СЕЛМИ". 2008. – 32 с.
3. Vukstich V.S., Imre A.I., Snegursky A.V.. Modernization of the MI1202 mass spectrometer for studying the electron-molecule interaction processes at low energies // Instr. and Exper. Techniques.– 2011.– V. 54, No. 2.– P. 207.
4. Tamuliene J., Romanova L.G., Vukstich V.S., Papp A.V., Snegursky A.V. Electron-impact-induced tryptophan molecule fragmentation.// Eur. Phys. J. D. 69: 21 (2015).
5. National Institute of Standards, Standard Reference Database: Chemistry Webbook. http://webbook.nist gov.

Стаття надійшла до редакції 12.05.2016 р.

А. Папп
Институт электронной физики НАН Украины, ул. Университетская, 21, 88017, Ужгород

Модернизация системы автоматизации магнитного масс-спектрометра МИ-1201

Описана разработанная нами современная система автоматизации эксперимента для магнитного масс-спектрометра МИ-1201. Проведен анализ устаревшей системы

автоматизации. Описаны обобщенные блок-схемы, дано детальное описание принципа работы разработанной системы. Приведены полученные на масс-спектрометре масс-спектры молекулы аминокислоты триптофана.
Ключевые слова: магнитный масс-спектрометр, электронная система, микроконтроллер, АЦП, ЦАП, CAN;

PACS 82.80 Ms

A. Papp
Institute of Electron Physics, Ukr. Nat. Acad. Sci., Universitetska St. 21, 88017, Uzhhorod

SYSTEM AUTOMATION MODERNIZATION FOR MASS SPECTROMETER MI-1201

Introduction: A modern multi-purpose electronic system is described being intended to control the most of key elements of a magnetic mass-spectrometer MI-1201. A comparative analysis of the standard and modified systems is given.
Purpose: In view of a rapid development of electronic element basis, the standard mass spectrometer needed modernization to comply with the requirements of modern experiment. Consequently the modern system automation has been developed.
Methods: The standard electronic system has been assessed to define its benefits and shortcomings. For example, the standard system was based on an IBM PC using the ISA modules with low resolution analog and digital converters which are now obsolete. Using modern approaches of the development of analog and digital circuits, a new reliable and effective schematics has been developed. The complete electronic device model has been elaborated and verified.
Results: As a result, the new version of apparatus represents a principally novel approach. It is a multi-processor modular system. Each functional module is a separate microcontroller-based unit that controls operation of certain analog circuits and is connected to one Controller Area Network (CAN). Using modern electronic element basis, we have a possibility to perform measurements (i.e. mass spectrum scanning, ionization potential measuring etc.) in a completely automatic mode.
Keywords: magnetic mass-spectrometer; electronic system; microcontroller; ADC; DAC; CAN
PACS NUMBER: 82.80 Ms

REFERENCES

1. “Mass spectrometer MI-1201. Users Manual” [Mass-spektrometr MI- 1201. Rukovodstvo po ekspluatatsii.]. Sumu, Plant of electron microscopes [Zavod elektronnyih mikroskopov] 1973. – p.64.
2. “Technical manual for SUR of mass spectrometers seria MI-1201” [ehnicheskoe opisanie SUR k mass-spektrometram serii MI 1201], Sumu, "SELMI". 2002. - p.32.
3. Vukstich V.S., Imre A.I., Snegursky A.V.. Modernization of the MI1202 mass spectrometer for studying the electron-molecule interaction processes at low energies // Instr. and Exper. Techniques.– 2011.– V. 54, No. 2.– P. 207.
4. Tamuliene J., Romanova L.G., Vukstich V.S., Papp A.V., Snegursky A.V. Electron-impact- induced tryptophan molecule fragmentation.// Eur. Phys. J. D. 69: 21 (2015).
5. National Institute of Standards, Standard Reference Database: Chemistry Webbook. http://webbook.nist. gov.

© Ужгородський національний університет