

А.И. ЛУГОВСКОЙ, зам. ген. директора,
 С.А. ЛОГИНОВ, гл. инж., кандидаты техн. наук
 (ЗАО “Рязанская нефтеперерабатывающая компания”);
 О.Б. БАЛАШОВ, ген. директор
 (филиал “Региональный технический центр – Рязань”);
 А.А. КУЗНЕЦОВ, канд. физ.-мат. наук, гл. специалист,
 Е.В. ВАСИЛЬЕВ, канд. техн. наук, инж.,
 Е.Я. ЧЕРНЯК, канд. физ.-мат. наук, директор
 (ООО “Шибболет”)

Дистанционный инфракрасный детектор углеводородных газов

Рассматривается принцип действия дистанционного инфракрасного (ИК) детектора углеводородных газов (УВГ), выполненного на основе специальных излучающего и приемных диодов с гетеропереходами. Обсуждаются особенности его оптической и электрической схем, алгоритма работы. Приводятся результаты практических испытаний прибора.

Open path IR hydrocarbon gas detector, based on heterostructure photodiodes and light emitting diodes is considered. Optical scheme, electrical scheme, and working algorithm of the device are discussed. Experimental results are described.

Введение

Для установления источников загрязнения атмосферного воздуха и предотвращения техногенных катастроф становится необходимым детектирование многочисленных следовых компонентов с низким пределом обнаружения и высокой избирательностью [1]. Интерес к измерению весьма малых концентраций УВГ в атмосфере обусловлен их взрывоопасностью при внештатных ситуациях на предприятиях нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности.

В настоящее время имеется ряд приборов для дистанционного ИК детектирования различных газовых микропримесей, использующих в качестве излучателей малогабаритные кварцевые галогенные лампы [2, 3], твердотельные лазеры [4] и полупроводниковые диодные гетеролазеры (ПДГ) [5, 6].

Применение кварцевых ламп требует существенного увеличения диаметра зеркал или линз для фокусировки ИК излучения вследствие весьма больших размеров тела излучения, большой потребляемой мощности (10...20 Вт) и наличия механического прерывателя для модуляции интенсивности излучения. Использование ПДГ для регистрации линий поглощения в средней ИК области спектра наиболее перспективно с точки зрения получения предельных параметров дистанционных измерителей концентрации, однако для них необходимо наличие криогенных систем охлаждения и прецизионных устройств стабилизации температуры и тока накачки ПДГ, что существенно сдерживает их применение в промышленных приборах. Таким образом, поиск и применение альтернативных ИК излучателей представляет весьма актуальной задачей.

Целью настоящей работы являлось создание достаточно простого, быстродействующего и малогабаритного дистанционного ИК детектора (ДИД) УВГ на основе импульсных светоизлучающих диодов среднего ИК диапазона на гетероструктурах [7], пригодного для практического применения в условиях промышленных предприятий.

Оптическая схема ДИД

Многообразие оптических схем для приборов подобного типа предполагает их предварительный расчет с целью определения наиболее эффективного пути достижения необходимых технических характеристик прибора. На рис. 1. представлены две оптические схемы, расчет которых проводился в системе *Mathcad 2000 PRO* [8].

Излучение светоизлучающего диода (СИД) 1 типа *LED33* с длиной волны излучения $\lambda_{\max} = 3,27$ мкм, шириной спектральной полосы излучения 0,4 мкм и мощностью излучения $P_{\text{общ}} = 0,37$ мВт с помощью сферического зеркала 2 с рабочим диаметром 68 мм и фокусным расстоянием $f = 115$ мм формировалось в почти параллельный пучок и через защитный светофильтр 3 направлялось на трассу. Расчетная величина половины угла расходимости излучения СИД составляла около 0,2 мрад при диаметре излучающей площадки СИД 430 мкм. Излучение, прошедшее трассу и защитный светофильтр 4 модуля приемника, фокусировалось сферическим зеркалом 5 на двоянный фотоприемник (ФП) 7 типа *PD36* (рис. 1, а) с удельной обнаружительной способностью $D^*_{\lambda, \max} = 6 \times 10^9$ см·Гц^{1/2}/Вт или разделялось

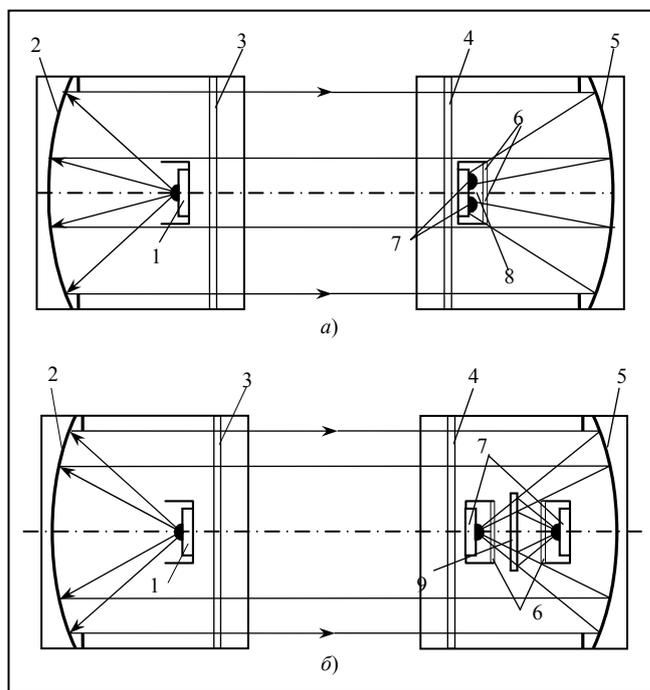


Рис. 1. Оптическая схема ДИД, реализующая метод дифференциального поглощения: а – с расположением фотоприемников во фронтальной плоскости, б – с осевым расположением фотоприемников; 1 – СИД; 2, 5 – сферическое зеркало; 3, 4 – защитный светофильтр; 6 – интерференционный фильтр рабочего и опорного каналов; 7 – ФП рабочего и опорного каналов; 8 – экран; 9 – ПЗ

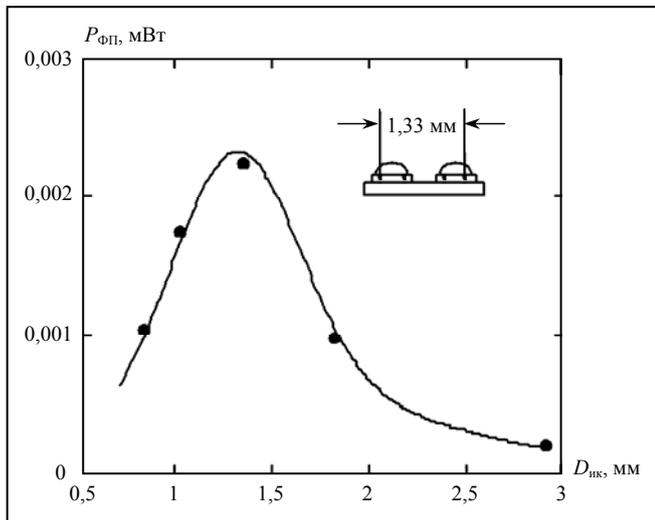


Рис. 2. Расчетная мощность ИК излучения на ФП в зависимости от диаметра пятна излучения

полупрозрачным зеркалом (ПЗ) 9 для подачи на два дискретных ФП (рис. 1, б). Для разделения по длине волны рабочего и опорного каналов в первой оптической схеме применялся составной многослойный интерференционный фильтр 6 с рабочей длиной волны $\lambda_{\text{раб}} = 3,40 \text{ мкм}$, опорной длиной волны $\lambda_{\text{оп}} = 3,07 \text{ мкм}$ и максимальным пропусканием $\geq 70 \%$, а во второй оптической схеме использовались два дискретных интерференционных фильтра с $\lambda_{\text{раб}} = 3,40 \text{ мкм}$ и $\lambda_{\text{оп}} = 3,85 \text{ мкм}$. Ширина спектра функции пропускания фильтров составляла величину 0,12...0,14 мкм. Дополнительная оптическая развязка каналов осуществлялась экраном 8. Элементы оптической схемы 6 и 7 представляют собой оптически герметичный блок минимального объема, что позволяет полностью устранить попадание рассеянного и паразитного излучения на вход ФП.

Весьма важным преимуществом первого варианта оптической схемы ДИД (рис. 1, а) является минимальное количество оптических элементов. Поскольку в схеме на рис. 1, а оба ФП расположены в одной плоскости, необходимо определить оптимальный диаметр пятна излучения с целью получения максимальной вели-

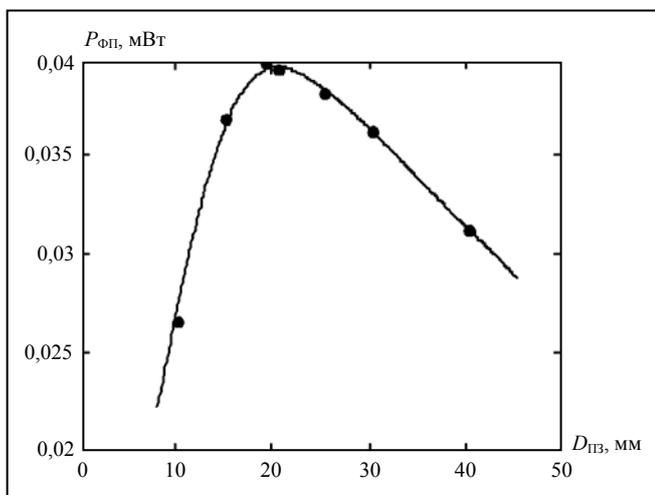


Рис. 3. Расчетная мощность ИК излучения на ФП в зависимости от диаметра ПЗ

ны сигнала в каналах. На рис. 2 представлены соответствующие результаты расчетов с учетом реальной диаграммы направленности ИК излучения СИД [9] и перехватом части излучения его держателем. Максимальный сигнал на ФП соответствует ситуации, когда диаметр пятна излучения совпадает с диаметром, охватывающим обе активные площадки ФП.

Достоинством второго варианта оптической схемы ДИД (рис. 1, б) является более значительная величина сигнала в каналах, поскольку практически все перехватываемое зеркалом приемника ИК излучение может быть сфокусировано в пределах активной площадки каждого ФП. Однако наличие ФП, расположенного ближе к входному зеркалу, будет приводить к дополнительным потерям излучения вследствие перехвата его части, уже сфокусированной зеркалом, элементами держателя ФП. Кроме того, наличие ПЗ, имеющего коэффициент отражения излучения $\sim 0,5$, уменьшает поток входного излучения, достигающего зеркала. Уменьшение диаметра ПЗ с очевидностью требует уменьшения расстояния (вдоль оси прибора) между ФП, что усиливает отрицательное действие первого фактора. Следовательно, должна существовать оптимальная геометрия в расположении двух ФП и ПЗ, имеющих конкретные геометрические размеры, для получения максимального сигнала в каналах. Результаты расчетов, представленные на рис. 3, демонстрируют наличие максимума излучения, воспринимаемого ФП.

Следует отметить, что для оптимальной геометрии обоих вариантов оптической схемы расчетная величина мощности, регистрируемой ФП во втором варианте, достигает 0,0397 мВт, что примерно в 16 раз больше, чем для первого варианта оптической схемы.

Основной характеристикой ДИД является оптическая эффективность Y прибора, т. е. зависимость величины принимаемого сигнала в каналах (нормированного на величину излучаемой мощности на выходе модуля излучателя) от расстояния L между излучателем и ФП при условии отсутствия поглощения на трассе [5]. На рис. 4 показана эта зависимость для рабочего канала ДИД (канал поглощения УВГ) в первом варианте оптической схемы. При конечных использованных размерах излучателя и аберрациях зеркала оптическая эффективность прибора для $L \geq 20 \text{ м}$ следует зависимости $1/L^2$ [6]. При меньших расстояниях изменение сигналов в каналах пропорционально $1/L^{0,9}$, что, по-видимому, обусловлено затеняющим влиянием конструктивных элементов СИД и ФП. Достигнутая оптическая эффективность ДИД позволяет получить максимальную измеряемую концентрацию УВГ на уровне 5 НПВ · м (НПВ – нижний предел воспламенения) для метана при $L \leq 100 \text{ м}$.

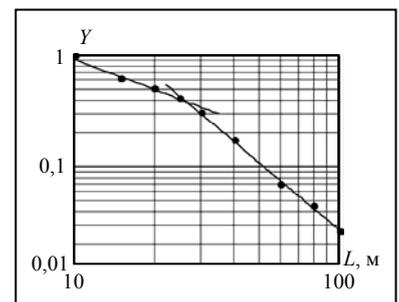


Рис. 4. Оптическая эффективность прибора в зависимости от протяженности измерительной трассы: ●●● – эксперимент; — – аппроксимация

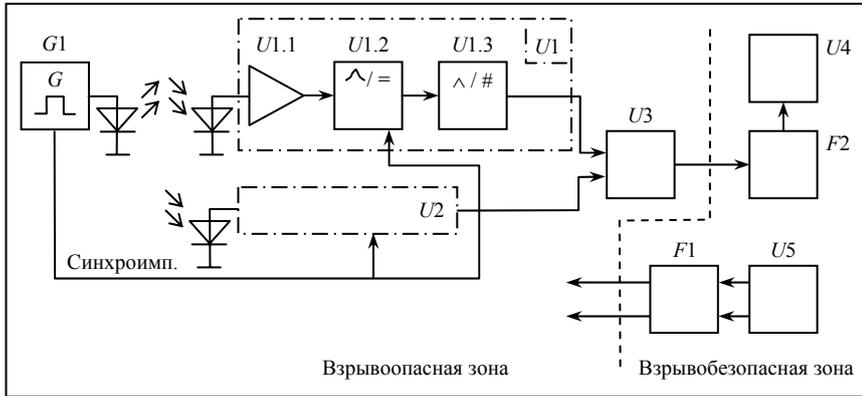


Рис. 5. Структурная схема аппаратуры регистрации сигнала ДИД

Предварительное совмещение оптических осей модулей излучателя и приемника ДИД после установки прибора на измерительной трассе производилось с помощью оптических визиров, закрепленных на обоих модулях, или посредством устройств подсветки на полупроводниковых лазерах видимого диапазона. Окончательная юстировка осуществлялась по величине принимаемого сигнала. Процедура настройки обычно занимала несколько минут при малом поглощении на трассе.

Аппаратура регистрации сигнала ДИД

Структурная схема аппаратуры регистрации сигнала показана на рис. 5. Генератор $G1$ вырабатывает импульсы накачки для СИД, имеющие длительность 10 мкс, период повторения 5 мс и амплитуду 2 А. ФП, принимающие прошедшее по трассе излучение, подключены ко входам идентичных каналов приема и обработки сигналов $U1$ и $U2$, каждый из которых включает в себя входной малошумящий усилитель (МШУ), устройство выборки и хранения (УВХ) и АЦП. В блоке МШУ $U1.1$ канала $U1$ осуществляется основное усиление принятого сигнала, после этого его уровень фиксируется в УВХ $U1.2$ и переводится в 16-разрядный код в АЦП $U1.3$. Необходимые для работы УВХ синхроимпульсы формируются генератором $G1$ и передаются из модуля излучателя (МИ) в модуль приемника (МП_р) по отдельной витой паре проводов. Канал $U2$ функционирует аналогично. УСО $U3$ периодически опрашивает АЦП каналов $U1$ и $U2$ и передает с интервалом 80 мс полученные данные по двухпроводной линии связи (в стандарте $RS-485$) на контрольно-вычислительное устройство (КВУ) $U4$. Электропитание на МП_р и МИ подается от блока питания (БП) $U5$, обеспечивающего напряжения $\pm 8,3$ В при потребляемом токе до 100 мА. С целью обеспечения взрывобезопасности МП_р и МИ подключены к БП и КВУ через пассивные искробезопасные барьеры $F1$ и $F2$, а в БП дополнительно предусмотрена защита от повышения выходного напряжения, соответствующая требованиям ГОСТ Р 51330.10-99 "Электрооборудование взрывозащищенное. Искробезопасная электрическая цепь".

КВУ $U4$ (рис. 6) построено на основе одноплатного контроллера $BL1400$, имеет отдельный встроенный в его корпус сетевой БП, а также резервный батарейный

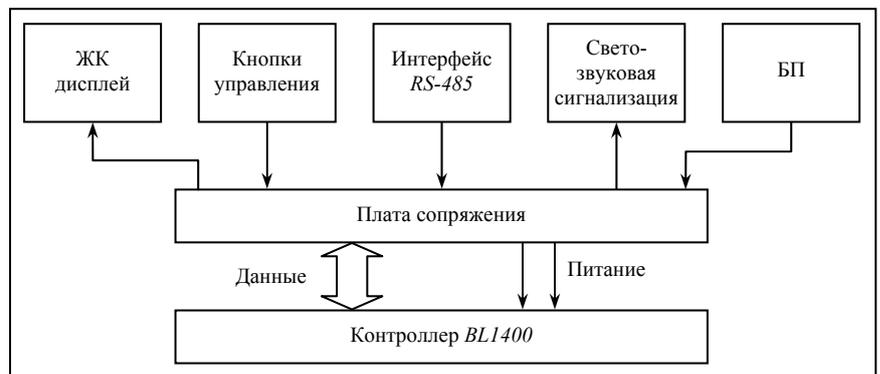


Рис. 6. Структурная схема КВУ

источник питания, необходимый для сохранения данных о текущем времени при отключении сетевого напряжения. Хранение данных о величинах зарегистрированных концентраций УВГ за последние три месяца, а также о времени начала и окончания перекрытия трассы и отключения электропитания осуществляется в энергонезависимой электрически перепрограммируемой памяти ($EEPROM$), что повышает надежность хранения. На лицевой панели КВУ размещены кнопки управления, позволяющие задавать режим его работы, жидкокристаллический (ЖК) двухстрочный дисплей, а также органы светозвуковой сигнализации. На заднюю стенку корпуса КВУ вынесены разъем интерфейса $RS-485$, необходимый для приема данных от УСО $U3$, и разъем интерфейса $RS-232C$, позволяющий при необходимости передавать данные на компьютер $IBM PC$ или осуществлять перепрограммирование $FLASH$ -памяти, в которой хранится основная рабочая программа КВУ.

Особенности схемотехнического построения МШУ каналов приема $U1$ и $U2$ обусловлены свойствами применяемых в данном приборе ФП, у которых величина внутреннего сопротивления r_i , существенно зависит от температуры кристалла ФП: так, $r_i = 330$ Ом при температуре $T = 27$ °C и $r_i = 60$ Ом при $T = 50$ °C. Очевидно, что если прибор предполагается эксплуатировать в помещении, температура в котором не изменяется больше, чем на 15...20 °C, МШУ можно спроектировать с входным сопротивлением $r_{вх} = r_i$, что позволит за счет передачи максимальной мощности из источника сигнала во входную цепь усилителя получить наилучшее отношение С/Ш, т.е. добиться максимальной чувствительности приемника, а значит, обеспечить максимальную длину трассы при заданном диапазоне измеряемых концентраций УВГ.

Вариант схемы первого каскада такого МШУ, имеющего $r_{вх} = 300$ Ом, приведен на рис. 7. При необходимой ширине шумовой полосы МШУ 100 кГц, обусловленной длительностью импульса накачки 10 мкс, он обеспечивает приведенное ко входу среднеквадратическое напряжение шумов 0,63 мкВ, что ниже шумов, генерируемых источником сигнала (около 0,75 мкВ). При увеличении температуры окружающей среды чувствительность приемника с таким МШУ ухудшается (в 3,3 раза при

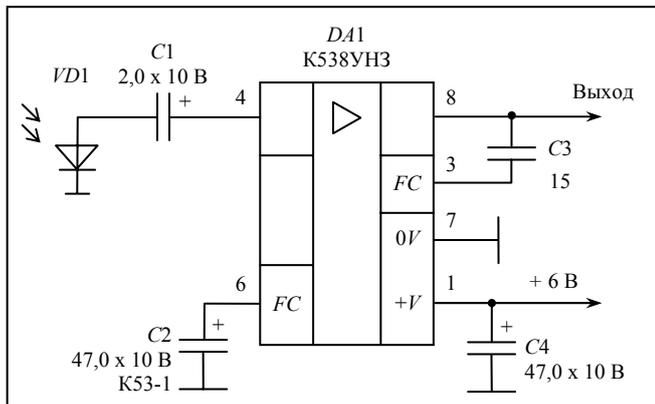


Рис. 7. МШУ с согласованным входным сопротивлением

увеличении от $T = 27^\circ\text{C}$ до $T = 50^\circ\text{C}$), а при уменьшении температуры возрастает, что может привести к перегрузке АЦП принимаемым сигналом.

Для устранения зависимости чувствительности приемника от температуры можно использовать усилитель с токовым входом, имеющий $r_{\text{вх}} < 0,02 r_i$, например, по схеме, показанной на рис. 8. При проектировании такого МШУ важно учитывать зависимость его входного сопротивления от частоты $r_{\text{вх}}(f) = R1 / K_0(f)$, где $K_0(f)$ – коэффициент усиления операционного усилителя с разомкнутой цепью обратной связи. Очевидно, что соотношение $r_{\text{вх}} < 0,02 r_i$ должно выполняться во всей воспроизводимой полосе частот, что диктует жесткие требования к выбору типа малошумящего операционного усилителя.

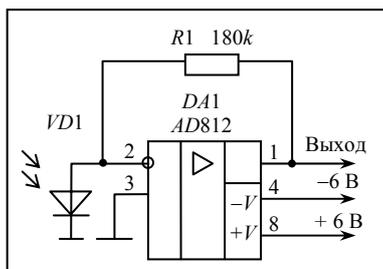


Рис. 8. МШУ с токовым входом

Усилитель, показанный на рис. 8, обеспечивает $r_{\text{вх}} = 0,6 \text{ Ом}$ в полосе частот 100 кГц. Основным недостатком схемы с токовым входом является снижение отношения С/Ш по сравнению с усилителем с согласованным входным сопротивлением. Для схем, приведенных на рисунках 7 и 8, ухудшение этого параметра составляет 5,5 раза.

Калибровка прибора

Интенсивность ИК излучения, прошедшего оптический путь длиной L в поглощающем газе с концентрацией C , определяется законом Бугера-Ламберта-Бера:

$$I = I_0 \exp(-\alpha CL), \quad (1)$$

где I_0 – интенсивность излучения источника; α – коэффициент поглощения некоторой спектральной полосы определяемого газа.

Поскольку выражение (1) строго справедливо только для монохроматического излучения, необходимо определение величины α для каждого конкретного прибора, обладающего собственной (неповторимой) спектральной

Результаты расчета по формуле (4) количества УВГ на трассе для чистого метана

Длина кюветы, мм	1,5	5,3	19	49	99,5	130	250
Показания прибора, НПВ·м	0,028	0,109	0,340	0,874	1,713	2,406	4,933
Количество газа в кювете, НПВ·м	0,028	0,100	0,360	0,928	1,884	2,462	4,735
Ошибка измерения, %	0	-9,0	5,6	5,8	9,1	2,3	-4,2

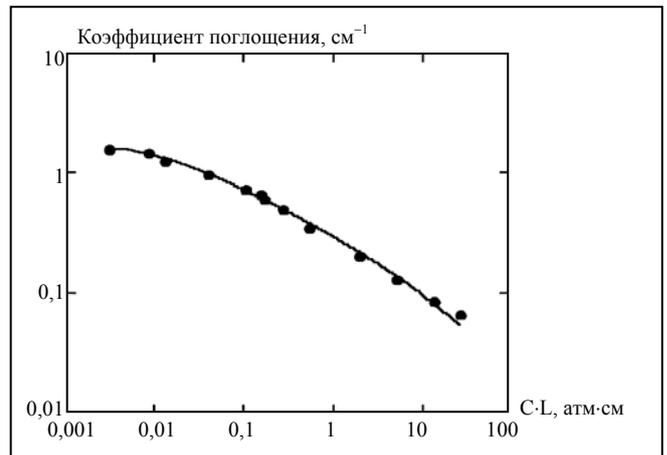


Рис. 9. Коэффициент поглощения метана в зависимости от толщины осажденного слоя поглощающего газа

ной полосой пропускания и ее положением на шкале длин волн (волновых чисел).

Коэффициент поглощения и его зависимость от оптической плотности слоя определялись для метана и пропана с помощью набора кювет различной длины. Использовались не только чистые газы марки ВЧ, но и их смеси с азотом. На рис. 9 представлены данные для чистого метана и поверочной газовой смеси 2,09 %об. $\text{CH}_4\text{-N}_2$. Коэффициент поглощения чистого метана аппроксимировался степенной функцией вида:

$$\alpha = A(C \cdot L)^{-k}, \quad (2)$$

где C – концентрация метана; L – длина кюветы; A и k – константы, которые определялись по экспериментальным данным в системе *Mathcad 2000 PRO*.

Подстановкой выражения (2) в формулу (1) получаем следующую формулу для расчета концентрации:

$$C = [-\ln(I/I_0) / A]^{1/(1-k)} / L. \quad (3)$$

Расчеты по формуле (3) для чистого метана и семи различных кювет с $L = 1,5 \dots 250$ мм дают величину концентрации $0,983 \pm 0,056$.

Как правило, приборы, измеряющие количество УВГ на протяженных трассах, имеют шкалу измерения в единицах НПВ·м, поскольку не имеется информации о линейных размерах облака УВГ на измерительной трассе. Для метана величина НПВ составляет 5,28 % об. [10]. Следовательно, окончательная формула для расчета количества УВГ на трассе в единицах НПВ·м имеет вид:

$$C = [-\ln(I/I_0) / A]^{1/(1-k)} \times 100 / C_{\text{НПВ}}, \quad (4)$$

где $C_{\text{НПВ}}$ – концентрация анализируемого газа в объемных %, соответствующая 1 НПВ.

В таблице приведены результаты расчета по формуле (4) для чистого метана и дано их сравнение с действительной концентрацией газа в различных кюветах.

В заключение отметим, что предел обнаружения метана с помощью ДИД ограничен собственными шумами ФП и составляет $\sim 10^{-3}$ НПВ·м.

Применение ДИД по измерению концентрации УВГ

Полевые испытания ДИД проводились в течении 10 мес. на одной из технологических установок нефтеперерабатывающего завода ОАО "Рязанский НПЗ" при длине трассы 40 м в режиме постоянного круглосуточного контроля концентрации УВГ. Следует отметить высокую надежность прибора, поскольку в этот период не было зарегистрировано сбоев и отказов в его работе. На рис. 10 представлена типичная кривая изменения концентрации УВГ, зарегистрированная ДИД и сохраненная в его БД. Пики концентрации УВГ соответствуют отбору проб жидких нефтепродуктов в емкости менее 1 дм³ вблизи измерительной трассы. Более медленные и менее интенсивные изменения концентрации УВГ, как правило, обусловлены диффузией с других технологических установок.

Наиболее эффективные и перспективные направления применения прибора.

1. Установка приборов по периметрам целого ряда различных технологических установок в нефтедобывающей, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности позволяет объединить их в локальную сеть (ЛС). Наличие ЛС позволяет существенно расширить объем и достоверность информации, получаемой в режиме РВ и не зависимой от человеческого фактора:

- общая карта загазованности промышленной зоны и ее изменения в режиме РВ;
- круглосуточное постоянное определение источников локальных выбросов УВГ;
- автоматическая регистрация всех отклонений ТП (по времени и по конкретной технологической установке), связанных с изменением концентрации УВГ;
- постоянный контроль герметичности газо-, нефте- и продуктопроводов;
- определение времени начала и длительности утечек в нефте- и газохранилищах и на установках разлива нефтепродуктов.

2. Для крупногабаритного и высотного оборудования наиболее эффективным применением приборов ДИД является создание "стен безопасности", т.е. расположение нескольких приборов в одной вертикальной плоскости на различной высоте. Такой подход позволяет значительно достовернее и быстрее выявлять места утечек УВГ, используя трехмерную карту загазованности промышленных объектов.

3. Модульная конструкция прибора позволяет путем замены ряда функциональных узлов и файлов ПО применить его для дистанционного измерения концентрации весьма широкого набора опасных и вредных газовых микропримесей, например, таких как аммиак (NH₃), сероводород (H₂S) и пары соляной кислоты (HCl) на уровне 0,1...1 ПДК.

Заключение

Представленный в работе вариант прибора имеет маркировку ДИД 1.000-Ех и внесен в Государственный реестр средств измерений под № 22209-01 (Сертификат ГОССТАНДАРТА РФ об утверждении типа средств измерений RU.C.31.004.А.№ 11428). Прибор выполнен во взрывозащищенном исполнении и имеет маркировку взрывозащиты IExibIIAT4 (Свидетельство ЦС ВЭ ИГД № 2001.С292. Разрешение на применение Госгортехнадзора России № 04-5534).

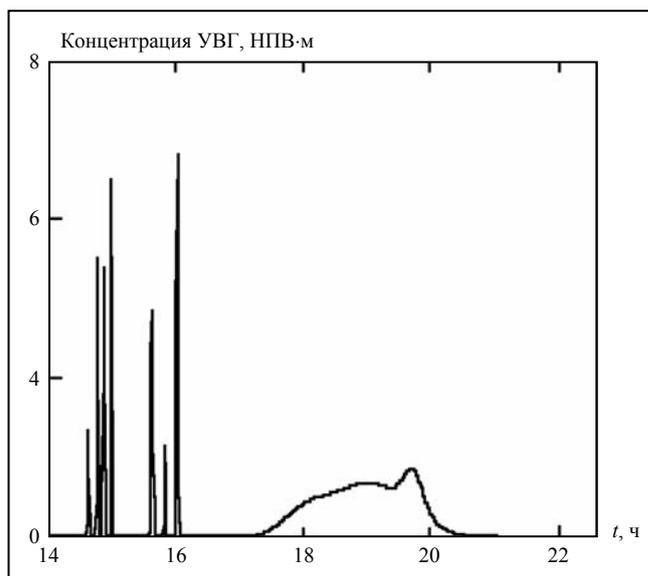


Рис. 10. Изменение концентрации УВГ на измерительной трассе длиной 40 м

Дальнейшее совершенствование ДИД может быть связано с переходом к регистрации колебательно-вращательных линий поглощения различных микропримесей в ближней ИК области на основе использования мощных полупроводниковых гетеролазеров, работающих в одномодовом режиме со сканированием очень узкой линии излучения, что позволит одновременно определять концентрации целого набора микропримесей и существенно расширить диапазон используемых измерительных трасс.

Работа выполнена в ООО НПФ "Шибболет" (г. Рязань).

Контактный телефон / факс: (0912) 21-83-56.

E-mail: shibb@shibbolet.ryazan.ru

Список литературы

1. Мейер П., Зигрист М. Контроль загрязнения атмосферы методом лазерной фотоакустической спектроскопии и другими методами // Приборы для научных исследований. 1990. № 7.
2. IR 5000 open path hydrocarbon gas monitoring system, GENERAL MONITORS, Lake Forest, CA, FB-IR5000-D0898.
3. Open path gas detector GD 4002, Precision Light Measurement System Ltd., UK.
4. Межерис П. Лазерное дистанционное зондирование. М.: Мир, 1987.
5. Астахов В.И., Галактионов В.В., Засавицкий И.И. и др. Трассовый измеритель концентрации окиси углерода в атмосфере на основе импульсных диодных лазеров // Квантовая электроника. 1982. Т.9. № 3.
6. Hinkley E.D., Ku R.T., Nill K.W. et al. Long-path monitoring: advanced instrumentation with a tunable diode laser // Applied Optics. 1976. 15. P 1653.
7. Matveev B., Aidaraliev M., Gavrilov G. et al. Room temperature InAs photodiode-inGaAs LED pairs for methane detection in the mid-IR // Sensors and Actuators. 1988. 51P. 233.
8. Дьяконов В. Mathcad 2000: учебный курс. СПб: Питер, 2000.
9. Matveev B.A., Zotova N.V., Il'inskaya N.D. et al. Towards efficient mid-IR LED operation: optical pumping, extraction or injection of carriers? // Journal of Modern Optics. 2002. 49. P. 743.
10. Требования к установке сигнализаторов и газоанализаторов (ТУ-газ-86), М., 1986.