

УДК 536.5

PACS 07.20.Mc

DOI: 10.24144/2415-8038.2016.40.148-156

О. О. Молнар

Ужгородський національний університет, 88000, Ужгород, вул. Волошина, 54

e-mail: alex.molnar@uzhnu.edu.ua

СИСТЕМА РЕГУЛЮВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ДЛЯ КРІОСТАТУ ЗАНУРЮВАНОВОГО ТИПУ

Описана автоматизована система регулювання для кріостата занурюваного типу, яка дозволяє вимірювати температуру з точністю 0.001 К, змінювати її по наперед заданому алгоритму та стабілізувати з точністю $\pm 0,002$ К в діапазоні 80 – 480 К. Система побудована з використанням сучасної елементної бази.

Ключові слова: кріостат, температура, стабілізація температури.

Вступ

При проведенні досліджень в околі фазових переходів особливий інтерес представляє вузький температурний діапазон ($\sim 0.1-0.5$ К), в якому спостерігаються релаксаційні явища та критична поведінка параметрів, які обумовлені нерівноважністю системи [1,6]. У зв'язку з обмеженим температурним діапазоном спостережуваних явищ виникають підвищені вимоги до алгоритму та системи зміни і стабілізації температури, яка повинна забезпечувати точність близько $0,01 \div 0.001$ К без «перерегулювання». Остання вимога означає вибір параметрів закону автоматичного регулювання таким чином, щоб при підході до заданої точки, та безпосередньо в процесі стабілізації температури, система не перейшла через фазовий перехід. Слід враховувати також суттєву залежність фізичних параметрів (діелектричної проникності ϵ^* , електропровідності σ та ін.) від швидкості зміни температури, особливо в випадку напівпровідникових матеріалів [2]. Більшість терморегуляторів, які використовуються в експериментальній практиці [3], не задовольняють перерахованим вимогам, тому для дослідження критичних явищ в сегнетоелектриках-напівпровідниках необхідно розробляти нестандартне обладнання.

Оцінка параметрів системи

Основні вимоги, які повинні забезпечувати підсистеми вимірювання та регулювання температури при дослідженні фазових переходів і критичних явищ є такими:

- робочий діапазон 80 – 480 К
- точність, г ± 0.001 К

Виходячи з приведених умов, можемо визначити основні параметри аналого-цифрового перетворювача (АЦП) вимірної системи. Динамічний діапазон $D=(T_{\max}-T_{\min})/r=4 \cdot 10^5$, що відповідає АЦП з кількістю розрядів більше як 2^{19} . У зв'язку з тим, що промисловістю випускаються 18, 20, і 24 розрядні інструментальні АЦП, то з врахуванням шумів попереднього підсилювача і самого АЦП, пред'явленим вимогам краще всього відповідатиме 24-х розрядний аналого-цифровий перетворювач.

Падіння напруги на первинному перетворювачі (платиновому терморезисторі РТ100), під'єднаному до вимірного кола, по якому протікає струм ~ 250 μ А складає в середньому $U_{1к}=100$ μ В на один Кельвін (без врахування нелінійності). Струм у колі терморезистора обмежений явищем само розігрівання (у нашому випадку $\sim 10^{-4}$ К).

Максимальний вихідний сигнал з РТ100 $U_{480к}=I \cdot R_{480к} \approx 44$ мВ. Ця величина набагато менша за верхню межу вхідної напруги АЦП ($U_{\max}=5$ В). Тому, для

компенсації шумів та збільшення точності вимірювання, можемо U_{480K} підсилити у $K=U_{max}/U_{480K} \approx 114$ разів. Таким чином, вхідний сигнал АЦП після масштабування

складатиме $K \cdot U_{1K} = 11.4$ мВ/К. При застосуванні 24-х розрядного аналого-

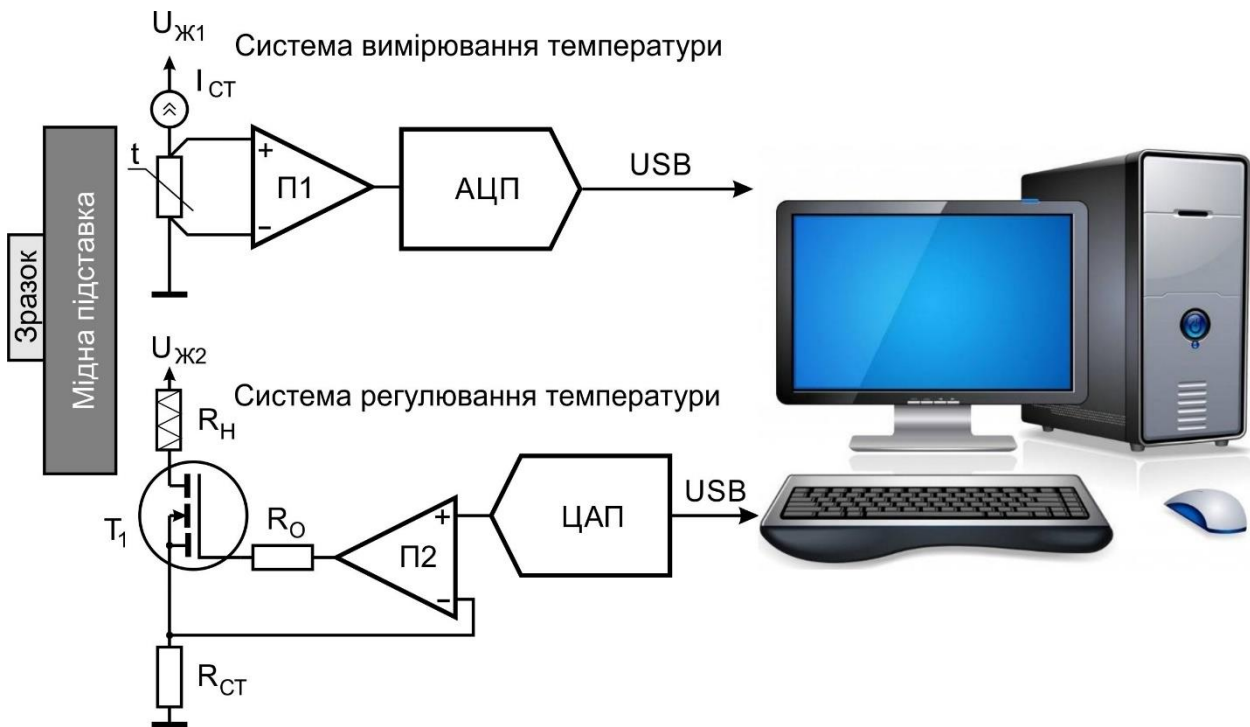


Рис. 1. Спрощена схема терморегулятора: П1 – підсилювач масштабування сигналу з терморезистора; АЦП – перетворювач спаду напруги в цифровий код; ЦАП – цифро-аналоговий перетворювач регулювання потужності; П2, R_0 , $R_{СТ}$ та T_1 – підсилювач струму.

цифрового перетворювача, отримуємо одиницю молодшого розряду, в перерахунку на температуру $2.8 \cdot 10^{-5}$ К, що набагато менше за r . Однак, враховуючи шуми вхідного підсилювача, його температурний дрейф, а також шуми самого АЦП, проектувана система із запасом повинна задовольняти пред'явленим вимогам.

Для регулювання температури з точністю 0.001К необхідно мати можливість змінювати температуру з такою ж точністю (або краще). Величина струму, яка змінить температуру кристалотримача на ΔT може бути оцінена за формулою:

$$I = \sqrt{\frac{c \cdot m \cdot \Delta T}{R \cdot t}}$$

де c – питома теплоємність (Дж/кг·К), m – маса (кг), ΔT – величина зміни температури (К), R – опір нагрівника (Ом), t – час (с).

Якщо швидкодія цифро аналогового перетворювача – ЦАП, який задає струм

через нагрівник, складає ≈ 0.1 с, кристалотримач масою 0.04 кг виготовлений з міді ($c=0.385$ кДж/кг·К), а опір нагрівника 30 Ом, то для зміни температури на 0.001К через нагрівник має протікати струм величиною 72 мА.

Для виключення можливості перегріву системи вище 480 К максимальна величина вихідного струму підсилювача, який задає потужність нагрівника обмежена величиною 1А. Якщо розрядність керуючого ЦАП $=16$, то одиниці його молодшого розряду відповідає струм $1A/2^{16} = 15\mu A$. Це означає, що 16 розрядів ЦАП вистачає і з значним запасом. Така ситуація може бути пояснена тим, що кількість тепла на нагрівнику є функцією часу, і відповідно, система регулювання температури частково працює за принципом широтно-імпульсної модуляції.

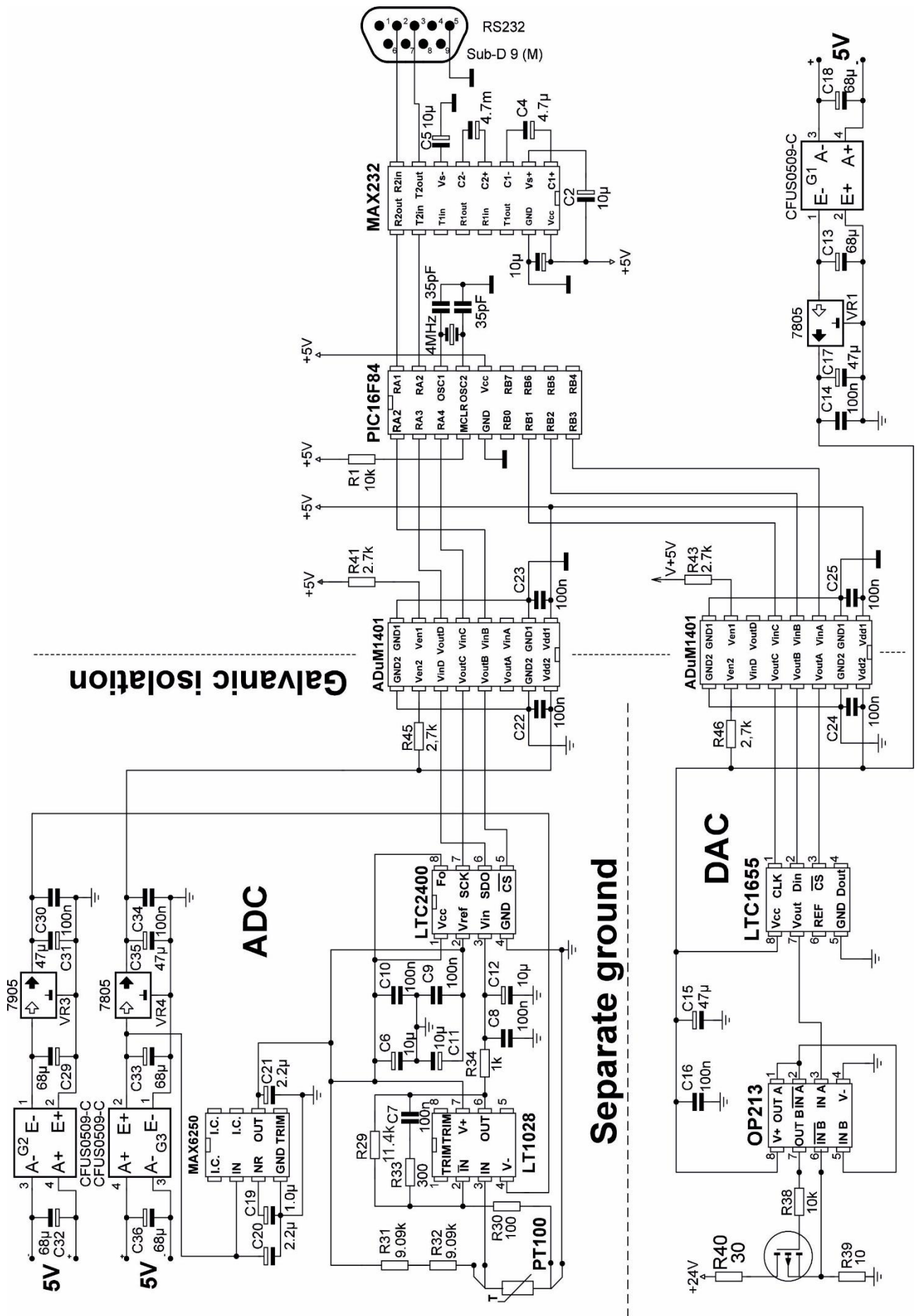


Рис. 2. Принципова схема пристрою вимірювання і стабілізації температури

Надлишковість розрядів ЦАП необхідна не для стабілізації, а для лінійної зміни температури з дуже малим кроком.

Опис експериментальної схеми

Спрощена схема терморегулятора представлена на рисунку 1. Вхідний сигнал з первинного перетворювача поступає на підсилювач масштабування П1, звідки потрапляє на вхід аналого-цифрового перетворювача. Отриманий цифровий код відповідає підсиленому падінню напруги на РТ100. Для його конвертації в температуру, застосовується табличний метод. У пам'яті комп'ютера, зберігається таблиця градування відповідності $R \rightarrow T$ з кроком в 1 К. Значення температури, що попадають в інтервал між двома точками таблиці, визначаються інтерполяцією із застосуванням сплайна, що проходить по десяти сусідніх точках таблиці градування (п'ять точок вище і п'ять точок нижче інтервалу). Отримана величина T порівнюється із необхідною температурою стабілізації, і із застосуванням стандартного пропорційного інтегрально-диференціального (ПІД) алгоритму, визначається необхідна потужність нагрівача. Код, відповідний заданій потужності, через шину USB подається на цифро-аналоговий перетворювач. Напруга з ЦАП поступає на вхід підсилювача потужності (у нашому випадку підсилювач струму), і далі на нагрівник.

Пристрій вимірювання і стабілізації температури.

Розглянемо принципову схему приладу. Як було вказано вище, в якості датчика температури використовується платиновий терморезистор РТ100/1509А фірми TDI Ltd. (Англія) [4]. Його діаметр 0.9 мм, довжина 10 мм, постійна часу 0.01 с, корпус виготовлений з берилієвої кераміки. Струм в колі терморезистора задається за допомогою двох, послідовно з'єднаних прецизійних резисторів R_{31} і R_{32} , опором 9.09 кОм. Для живлення даної частини схеми застосовується прецизійне джерело опорної напруги MAX6250, що забезпечує нестабільність системи перетворення $R \rightarrow U$ менше за одиницю

молодшого розряду аналого-цифрового перетворювача (АЦП).

Сенсор РТ100 (як видно на рис. 2) підключений по чотирьохдротовій схемі, що зменшує вплив опору з'єднуючих проводів на точність вимірювання. Напруга, пропорційна температурі, подається на підсилювач постійного струму, побудований на надмалошумному прецизійному операційному підсилювачі LT1028.

Коефіцієнт підсилення даного каскаду $=114$. У колі зворотного зв'язку операційного підсилювача (ОП) включений частотно залежний ланцюжок $R_{33} C_7$, який обмежує смугу пропускання та дозволяє зменшити величину шумів на виході. Підсилений сигнал з виходу LT1028 через резистор R_{34} подається на вхід АЦП LT2400 фірми Linear Technology. Резистор R_{34} спільно з конденсаторами C_8 і C_{12} утворюють фільтр низьких частот, і додатково зменшують вплив шумів вхідного каскаду. Як джерело опорної напруги АЦП використовується напруга живлення вхідного перетворювача (який задає струм в колі РТ100), що дозволяє зменшити його вплив на точність вимірювань.

Цифровий код, відповідний вимірюваній температурі, через кола з гальванічною розв'язкою поступає на однокристальний мікроконтролер PIC16F84, який контролює роботу АЦП, та передає по стандартному інтерфейсу RS232 (або через перетворювач FTDI232 по USB) отримані результати на IBM PC сумісний комп'ютер для подальшої обробки. Гальванічна розв'язка побудована із застосуванням мікросхеми чотирьох-канального інтегрального цифрового ізолятора ADuM1401 фірми Analog Devices, який дозволяє суттєво зменшити шуми і завади, які генеруються «цифровою частиною» вимірювальної системи (мікроконтролером, перетворювачем рівня MAX232, інтерфейсом USB та самим IBM PC). У порівнянні з оптронами, які широко використовуються в аналогічних колах, цифрові ізолятори потребують набагато менше струму, більш швидкодіючі та створюють менше завад.

Канал регулювання температури побудований на основі 16 розрядного цифро-аналогового перетворювача (ЦАП) LT1655 фірми Linear Technology. Основна перевага даного інструментального ЦАП полягає в тому, що в ньому міститься прецизійне джерело опорної напруги (що суттєво спрощує схему) і працює він по послідовному цифровому інтерфейсу (що дозволяє зменшити складність гальванічної розв'язки).

Код, відповідний необхідній потужності нагрівача, поступає від керуючого комп'ютера по інтерфейсу RS232 (або USB) в мікроконтролер PIC16F84, який через кола гальванічної розв'язки передає його по інтерфейсу SPI на ЦАП LTC1655. Напруга, що відповідає даному коду (в межах 0÷5В) подається на здвоєний операційний підсилювач (ОП) OP213 фірми Analog Devices.

Один з ОП даної схеми працює в режимі повторювача напруги, та зменшує

вплив наступних кіл на точність ЦАП. Другий ОП мікросхеми OP213 використовується в схемі джерела струму, яке задає струм I_n в колі нагрівача. В якості силового елемента застосовується потужний польовий транзистор з ізольованим затвором, що суттєво зменшує навантаження на ОП. Напруга, яка відповідає струму в колі нагрівача, знімається з потужного резистора R_{39} з малим опором, включеного послідовно із нагрівачем і транзистором, та подається в коло зворотного зв'язку джерела струму.

Використання джерела струму в якості силового вузла в схемі регулювання потужності нагрівача в порівнянні з підсилювачем напруги дозволяє:

- суттєво спростити схему;
- збільшити надійність системи;
- відмовитися від захисту по короткому замиканню і перегріву силових елементів.

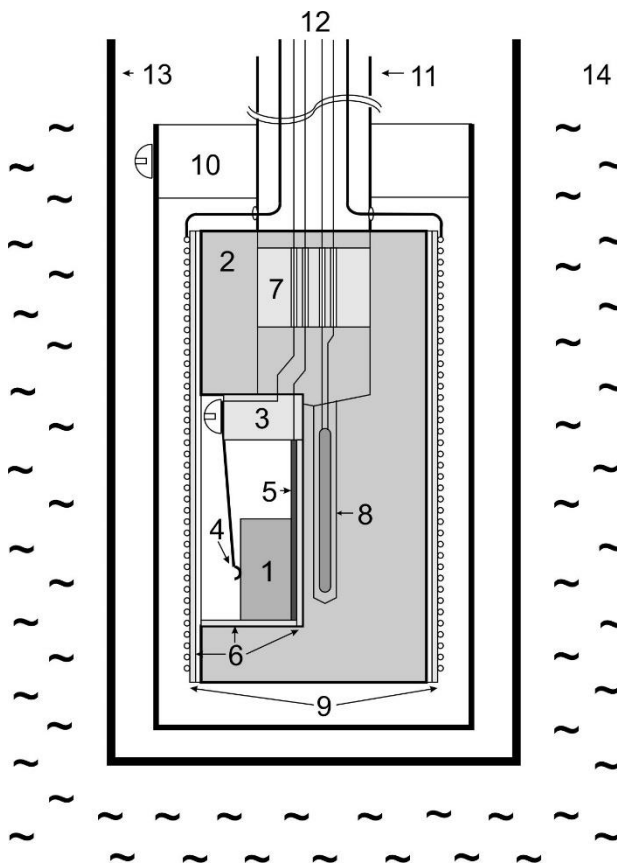


Рис. 3. Будова кріостата: 1 – зразок (максимум $10 \times 10 \times 5 \text{ мм}^3$), 2 – мідний кристалотримач, 3 – фторопластовий ізолятор, 4 – прижимний контакт з позолотою, 5 – основний позолочений плоский контакт, 6 – ізолятори зі слюди, 7 – фторопластовий водяний затвор, 8 – терморезистор Pt100, 9 – активний мідний термоекран (з вольфрамовим нагрівачем, ізольованим слюдою), 10 – пасивний алюмінієвий термоекран, 11 – трубка-тримач кріостату із нейзильбера МНЦ 15-20 (з малою теплопровідністю), 12 – екрановані коаксіальні з'єднувальні провідники у фторопластовій ізоляції, 13 – зовнішній пасивний термоекран, виготовлений з нержавіючої сталі.

ПД – регулятор

Для стабілізації температури використаний ПД регулятор, реалізований в середовищі LabView.

ПД-регулятор [5] це пристрій в керуючому контурі системи автоматичного регулювання зі зворотним зв'язком, який формує керуючий сигнал, що є сумою трьох доданків. Перший - пропорційний

різниці вхідного сигналу і сигналу зворотного зв'язку (сигнал неузгодження), другий – інтеграл по часу від сигналу неузгодження, а третій – похідна по часу від сигналу неузгодження. ПІД-регулятор реалізує закон регулювання:

$$Y(t) = K_{II}x(t) + \frac{1}{T_I} \int_0^t x(t)dt + T_D \frac{dx(t)}{dt}$$

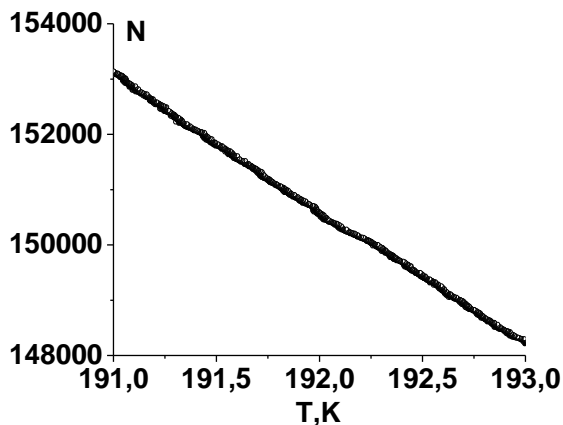
де Y - вихідний сигнал (наприклад потужність нагрівача), x - вхідний параметр неузгодження $x=(T_{Поточне}-T_{Стаб})$, K_{II} - коефіцієнт передачі об'єкту, T_I - постійна інтегрування а T_D - постійна диференціювання. В окремих випадках пропорційна, інтегральна чи диференціальна компоненти можуть бути відсутні, і тоді ці спрощені регулятори називаються І-, П-, ПІ- чи ПІІ-регуляторами.

Експериментально нами було встановлено, що для запобігання «пере регулювання» найбільш оптимальним є пропорційно-інтегральний або ПІ-регулятор.

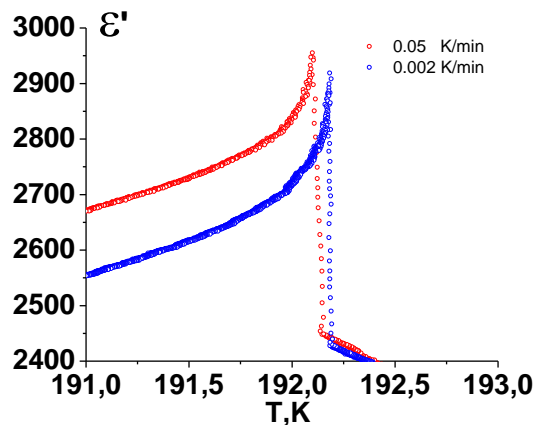
Будова кріостата

В зв'язку з тим, що більшість запланованих експериментальних досліджень мали проводитись в інтервалі температур 80-480 К зі швидкостями охолодження або нагрівання менше за 0.1 К/хв. (а на деяких ділянках і 0.001 К/хв.)

було вирішено розробити і використувати кріостат занурюваного типу. В таких системах кристалотримач занурюється у рідкий азот безпосередньо у посудину Дьюара. Це дає можливість проводити дуже довготривалі вимірювання (рідкого азоту в посудині Дьюарі СК-25 об'ємом 26 літрів вистачає приблизно на місяць безперервних досліджень). Кріостат занурюваного типу рис. 3. складається з мідного кристалотримача 2, двох пасивних 10,13 та одного активного 9 термоекрана. Зовнішній екран 13 захищає систему від безпосереднього контакту з рідким азотом. Досліджуваний зразок 1 знаходиться в пазу кристалотримача 2, між позолоченими електродами 4,5. Контактна площадка 5 ізольована від кристалотримача 2 прокладкою зі слюди 6. Безпосередньо під зразком, у спеціальному отворі в кристалотримачі 2 розташований платиновий терморезистор 8. Це означає, що в цій системі відбувається стабілізація температури кристалотримача, а не зразка. Однак за рахунок того, що зразок відносно маленький і знаходиться «в середині» мідного тримача, прижатий до нього двома сторонами, а швидкість зміни температури менше за 0.1 К/хв., в системі практично відсутні градієнти температур.



а.



б.

Рис. 4. Лінійність зміни температури як функція номеру вимірювання (часу) **а.** та $\epsilon(T)$ кристалів $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{Se}_6$ при різних швидкостях охолодження **б.**

Результати експериментального випробовування

Описана система вимірювання, зміни та стабілізації температури використовувалась для дослідження впливу

швидкості охолодження на залежність діелектричної проникності від температури у кристалів з фазовим переходом. Як видно на рис. 4а. контролер забезпечує практично ідеальну лінійність зміни температури,

навіть при надмалих швидкостях (~ 0.002 К/хв). Цікавим є також дані, які свідчать про майже повну відсутність розмиття фазового переходу (ФП) при температурі T_c (ФП-першого роду) в кристалах $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{Se}_6$ (рис. 4. б.) [6].

Висновки

Розроблена система вимірювання та регулювання температури а також програмне забезпечення для неї в графічному середовищі LabView. Дана система успішно використовується для дослідження електрофізичних властивостей сегнетоелектриків-напівпровідників типу $\text{Me}_2\text{P}_2\text{S}(\text{Se})_6$ в околі фазових переходів.

Застосування цифрової комп'ютерної системи дає такі переваги:

- заміна сенсора температури вимагає лише зміни таблиці градування;
- за рахунок статистичної обробки результатів, є можливість істотного підвищення точності (компенсацією шумів та «викидів»);
- алгоритм стабілізації температури може бути змінений відповідно до поставлених завдань;
- параметри ПІД регулювання можуть бути визначені автоматично (алгоритми Auto Tuning PID або Adaptive PID);
- за складних експериментальних умов (охолодження рідким азотом, рівень якого в посудині Дьюара постійно змінюється), можливий перехід на складніші алгоритми стабілізації із застосуванням елементів нечіткої логіки (Fuzzy Logic) [7].

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Vysochanskii, Yu.M., Molnar, A.A., Horvat, A.A., Nakonechniy, Yu.S. (1997), “The relaxation phenomenon in proper uniaxial ferroelectric-semiconductor crystals $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{S}(\text{Se})_6$ with incommensurate phase”, *Journal of Physical Studies*, №4, pp. 535–543.
2. Molnar, A.A., Vysochanskii, Yu.M., Horvat, A.A., Nakonechnii, Yu.S. (1995), “Relaxational change of the phase transition character in ferroelectric-semiconductor”, *Ferroelectrics*, Vol. 174, pp. 41-49.
3. Ekin, J. (2006), *Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements*, Oxford University Press, 704p.
4. TDI (Thermal Developments International): Hand made platinum resistance temperature detectors P100/1012, Data Sheet.
5. Hagglund, T. (1995), *PID Controllers: Theory, Design, and Tuning*, ISA, 343p.
6. Rushchanskii, K.Z., Molnar, A., Bilanych, R., Yevych, R., Kohutysh, A., Vysochanskii, Yu.M. (2016), “Observation of nonequilibrium behavior near the Lifshitzpoint in ferroelectrics with incommensurate phase”, *PHYSICAL REVIEW B*, Vol. 93, Issue 1, 014101, pp.12.
7. Tang, K.S., Chen, G.R., Man, K.F., Kwong, S. (2005), *Fuzzy Logic and Genetic Algorithm Methods in PID Tuning*, *PID Control*, Springer, pp. 339-369.

Стаття надійшла до редакції 17.08.2016

А. А. Молнар

Ужгородский Национальный Университет,
88000, Ужгород, ул. Волошина, 54

СИСТЕМА РЕГУЛИРОВАНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ДЛЯ КРИСТАТА ПОГРУЖНОГО ТИПА

Описана автоматизированная система регулирования для кристата погружного типа, которая позволяет измерять температуру с точностью 0.001 К, изменять ее по наперед заданному алгоритму и стабилизировать с точностью

$\pm 0,002$ K в диапазоне 80 – 480 K. Система построена с использованием современной элементной базы.

Ключевые слова: криостат, температура, стабилизация температуры.

A. A. Molnar

Uzhhorod National University, 88000, Uzhhorod, Voloshina Str., 54

TEMPERATURE CONTROLLER FOR IMMERSION TYPE CRYOSTAT

The main difficulty of investigations in the vicinity of phase transitions associated with high system requirements for the temperature stabilization. Due to the limited range of observed phenomena ($\sim 0.1-0.5$ K) [1], the algorithm of temperature stabilization should provide accuracy better than $0,01 \div 0.001$ K without "over-regulation." This requirement means the choice of automatic control law parameters according to the following requirement - in the process of temperature stabilization, the system is not passed through the phase transition. Note also substantial dependence of physical parameters (permittivity, electrical conductivity, etc.) from the rate of temperature change, especially in the case of semiconductor materials [2]. Most thermostats used in experimental practice [3] do not meet the above requirements, so the study of critical phenomena in ferroelectrics - semiconductors need the development of non-standard equipment.

This paper describes an automated control system for immersion type cryostat, which allows measuring the temperature T with an accuracy of 0.001 K, change it according to prescribed algorithm and stabilize the T with an accuracy of $\pm 0,002$ K in the range of 80 - 480 K. The system is built with the use of modern element base.

Controller works as follows: Input signal from the PT100 [4] thermoresistor through ultra-low noise amplifier is supplied to the input of 24 bit analog-to-digital converter. The resulting digital code corresponds to the value of intensified voltage drop on PT100. For its conversion into the temperature the spreadsheet method is used. In the computer шм stored the calibration table according to $R \rightarrow T$ with the increments of 1 K. The temperature, which falls in the interval between two points of the table, is determined by spline-based interpolation that passes through the ten neighboring points of calibration table (five points above and the five points below of the coincidence interval). The resulting value of T is compared with the required temperature. Using standard PID (proportional-integral-differential) algorithm the necessary power of heater is determined. The code, corresponding to a given power, through the USB bus is fed to the digital-to-analog converter. DAC output voltage is determine the current on heater. For the output stage, the standard current amplifier is used.

Computer based systems for measuring and stabilization of temperature provides the following benefits:

- Temperature sensor replacement require only changing of the calibration table;
- Using statistical analysis of the measurements data, exist a possibility for the significant increase of accuracy (noise compensation and "emissions");
- Temperature stabilization algorithm can be modified according to the objectives;
- PID regulator parameters can be determined automatically (Autotuning PID or Adaptive PID).

Keywords: cryostat, temperature, temperature stabilization.

REFERENCES

1. Vysochanskii, Yu.M., Molnar, A.A., Horvat, A.A., Nakonechniy, Yu.S. (1997), uniaxial ferroelectric-semiconductor crystals $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{S}(\text{Se})_6$ with incommensurate "The relaxation phenomenon in proper

- phase”, *Journal of Physical Studies*, №4, pp. 535–543.
2. Molnar, A.A., Vysochanskii, Yu.M., Horvat, A.A., Nakonechnii, Yu.S. (1995), “Relaxational change of the phase transition character in ferroelectric-semiconductor”, *Ferroelectrics*, Vol. 174, pp. 41-49.
 3. Ekin, J. (2006), *Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements*, Oxford University Press, 704p.
 4. TDI (Thermal Developments International): Hand made platinum resistance temperature detectors P100/1012, Data Sheet.
 5. Hagglund, T. (1995), *PID Controllers: Theory, Design, and Tuning*, ISA, 343p.
 6. Rushchanskii, K.Z., Molnar, A., Bilanych, R., Yevych, R., Kohutych, A., Vysochanskii, Yu.M. (2016), “Observation of nonequilibrium behavior near the Lifshitzpoint in ferroelectrics with incommensurate phase”, *PHYSICAL REVIEW B*, Vol. 93, Issue 1, 014101, pp.12.
 7. Tang, K.S., Chen, G.R., Man, K.F., Kwong, S. (2005), “Fuzzy Logic and Genetic Algorithm Methods in PID Tuning”, *PID Control*, Springer, pp. 339-369.