ФИЗИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ ДЛЯ ЭКОЛОГИИ, МЕДИЦИНЫ, БИОЛОГИИ

УДК 543.422

РАЗРАБОТКА ТЕЧЕИСКАТЕЛЯ МЕТАНА НА ОСНОВЕ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ДИОДНЫХ МАТРИЦ

© 2023 г. А. А. Бойко[a,b,*], А. Ю. Кирьякова[a,b,c], Е. Ю. Ерушин[a,b,c], Н. Ю. Костюкова[a,b,c]

[a]*Новосибирский национальный исследовательский государственный университет*

Россия, 630090, Новосибирск, ул. Пирогова, 2

[b]*Институт лазерной физики Сибирского отделения Российской академии наук*

Россия, 630090, Новосибирск, пр. акад. Лаврентьева 15Б

[c]*Новосибирский государственный технический университет*

Россия, 630073, Новосибирск, пр. К.Маркса, 20

**e-mail: baa.nsk@gmail.com*

Поступила в редакцию 25.05.2023 г.

После доработки 29.06. 2023 г.

Принята к публикации 25.07.2023 г.

Статья посвящена исследованию течеискателя метана на основе абсорбционной спектроскопии. В качестве источника излучения использовалась светодиодная матрица с длиной волны около 3.3 мкм, где расположена одна из линий поглощения метана. Система стабилизирована по температуре. Получена пороговая чувствительность около 60 ppm CH_4.

1. ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время активно развиваются технологии создания малогабаритных устройств для поиска утечек газов и замеров их концентраций [1−3]. Одним из газовых маркеров для уровня экологии и утечек газопроводов и нефтепроводов является метан. Метан не имеет цвета и запаха, в два раза легче воздуха, мало растворим в воде, взрывоопасен при концентрации в воздухе от 5% до 15% [4]. В природе метан составляет основную долю в добываемом из газовых и газоконденсатных месторождений природном газе (около 87%). Основными источниками выбросов метана являются сельскохозяйственная деятельность, утечки газопроводов и утечки шахтного метана. Рост концентрации метана в атмосфере имеет большое воздействие на изменение климата [5].

Предотвращение утечек метана из трубопроводов является эффективным способом уменьшения выбросов метана. Одним из методов детектирования и определения концентрации различных газовых примесей является абсорбционный метод оптического газоанализа [2, 6, 7]. В его основе лежит измерение уровня поглощения излучения при прохождении через анализируемую газовую среду. Изменение уровня мощности фиксируется фотоприемником после прохождения через оптический тракт с газовой смесью. В оптическом тракте происходит поглощение света, за счет чего на фотоприемник приходит меньшая мощность лазерного излучения.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Постановка задачи заключалась в создании малогабаритного недорогого сенсора метана с чувствительностью не хуже, чем 100 ppm. Для решения поставленной задачи по совокупности параметров были выбраны свето- и фотодиоды российского производства компании ООО “ЛЕД Микросенсор НТ”. У компании ООО “ЛЕД Микросенсор НТ” имеется готовый модуль, состоящий из источника и приемника света для детекции высоких концентраций метана (выше 1000 ppm). Для увеличения интенсивности излучения была выбрана модель светодиодной четырехэлементной матрицы Lms34LED-4M-TEM-R с длиной волны 3.3–3.44 мкм. Данный прибор обладал встроенным отражателем на задней стенке, при этом матрица была установлена на элемент Пельтье. Общие параметры светодиодной матрицы показаны в табл. 1 [8]. В качестве приемника был выбран фотодиод Lms36PD-05-TEM-R в аналогичном варианте исполнения. Основные параметры фотодиода представлены в табл. 2 [8]. Общая схема прибора показана на рис. 1. Газовая кювета имеет размеры 160×36×41.5 мм^3. Система сбора и анализа данных включала в себя стандартный драйвер D-51 и синхронный детектор SDM также от компании ООО “ЛЕД Микросенсор НТ”. Для контроля и поддержания температуры источника и приемника на заданном уровне мы разработали контроллеры.

Табл. 1, 2

Рис. 1

На рис. 2 представлен спектр поглощения метана, записанный нами с помощью спектрометра на основе широко перестраиваемого параметрического генератора света и лазерной оптико-акустической спектроскопии [9]. На длине волны около 3319 нм наблюдается узкий интенсивный пик поглощения.

Рис. 2

Как показано на рис. 3, с увеличением температуры спектр излучения светодиодной матрицы смещается в длинноволновую область и интенсивность излучения уменьшается. Фиксированная температура матрицы позволяет гарантировать стабильность спектра и совместить максимальную интенсивность излучения матрицы с максимумом линии поглощения метана.

Рис. 3

Как следует из табл. 2, фотодиод обладает максимальной чувствительности в спектральной области 2.2–3.4 мкм. В эту область попадают также спектры поглощения других газов. Зависимость чувствительности фотодиода от длины волны представлена на рис. 4.

Рис. 4

Из представленной на рис. 4 зависимости следует, что в диапазон чувствительности фотодиода попадает атмосферное влияние – поглощение воды, которое газоанализатор может определить как ложную концентрацию метана. Спектр поглощения паров воды из спектральной базы данных HITRAN [10] представлен на рис. 2 справа.

Для предотвращения влияния паров воды на детектор в схему устанавливается полосовой фильтр, который имеет центральную длину волны полосы пропускания 3250 нм. Спектр пропускания фильтра и спектр поглощения метана представлены на рис. 5. Использование полосового фильтра позволяет сократить рабочий диапазон свето- и фотодиодов от 3.0 до 3.4 мкм и заметно снизить влияние паров воды.

Рис. 5

Драйвер управления светодиодной матрицы работает в импульсном режиме, для получения максимальной мощности излучения светодиода выставлена частота 16 кГц. Предусилитель предназначен для преобразования и усиления сигнала переменного тока ИК-фотодиодов. Предусилитель обеспечивает работу фотодиода в фотогальваническом режиме. При таком режиме фотодиод является источником фототока, который усиливается и преобразуется в сигнал напряжения, при этом форма результирующего сигнала напряжения соответствует форме сигнала фототока [8]. Стабилизация температуры матрицы и фотодиода осуществляется с помощью ПИД-регулятора с контроллером и программным обеспечением, позволяющими стабилизировать температуру в диапазоне от 0 °C до 40 °C.

3. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ

Продувка детектора осуществляется через штуцер. С помощью сжатого азота происходят продувка и калибровка детектора. При наличии метана в оптической ячейке происходит ослабление сигнала согласно закону Бугера−Ламберта−Бера:

$$I = I_0 e^{-\alpha C L}, \qquad (1)$$

где I – измеряемая интенсивность излучения, I_0 – интенсивность падающего излучения, C – концентрация метана, α – коэффициент поглощения для единичной концентрации, L – длина оптического пути.

При помощи фотодиода регистрируется падение уровня сигнала, пропорциональное поглощенной газом световой энергии. После калибровки детектора аттестованными газовыми смесями с известной концентрацией метана делается вывод об измеряемых величинах концентраций.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОВЕДЕННОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

В ходе экспериментов были выбраны оптимальные параметры работы системы, установленные на драйвере. Длительность импульсов 20 мкс, выбор указанной длительности обусловлен тем фактом, что чем больше длительность импульса, тем больше интенсивность излучения в данной системе. Частота повторения импульсов 16 кГц, так как это повышает уровень средней мощности. Ток питания матрицы 0.2 А, это максимально возможный ток работы матрицы, указанный производителем.

Рис. 6

На рис. 6 показаны данные проведенного исследования влияния температуры свето- и фотодиодов на величину выхода с усилителя сигнала. С увеличением температуры наблюдается уменьшение сигнала.

В эксперименте использовались несколько газовых смесей метана в азоте, концентрации были следующими: 1%, 0.1%, 0.05%, 0.01%. Установлены температуры для матрицы 0 °C и для фотодиода 5 °C, погрешность составила 0.1 °C.

Для продувки ячейки использовался сжатый азот первого сорта, объемная доля азота не менее 99.99%. Результаты тестирования системы при различных концентрациях метана представлены в табл. 3 и на рис. 7.

Рис. 7

Табл. 3

Стандартное отклонение сигнала связано с шумами фотодиода формулой

$$S = \sqrt{\frac{\sum(U_i - \bar{U})^2}{n-1}}, \qquad (2)$$

где n – количество измерений, для каждой концентрации было проведено 10 экспериментов.

По результатам экспериментов построена зависимость уровня сигнала от концентрации метана в ячейке, представленная на рис. 8.

Рис. 8

Изменению сигнала на 1мВ соответствует концентрация метана примерно 30 ppm. Ожидаемая пороговая чувствительность 55–60 ppm CH_4.

5. ВЫВОДЫ

В данной работе представлены результаты исследования течеискателя метана на основе абсорбционной спектроскопии с применением диодной матрицы с длиной волны около 3.3 мкм. Для системы подобран оптимальный режим работы, выполнена температурная стабилизация. В ходе проведенного исследования получена пороговая чувствительность примерно 60 ppm CH_4. Данный детектор газа является недорогим, компактным и имеет достаточную чувствительность для поиска утечек метана, а также для решения задач геологоразведки.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Результаты работы по исследованию абсорбционного течеискателя метана выполнены в рамках госздания FSUS-2020-0036.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Табарин В.А., Шестаков А.В., Чжан Ю.В., Ермаков А.А., Палант А.И.* // Транспорт на альтернативном топливе. 2014. №4 (40). С. 80 .
2. *Щербакова С.Н., Венгеров А.С.* // Российский химический журнал. 2021. №4. С. 5.
3. *Белов М.Л., Титаренко К.С., Городничев В.А.* // Радиостроение. 2020. №5. С. 51.
4. *Трофимова Г.И., Трофимов Н.И., Бакушкина И.А., Черемисина В.Г.* // Символ науки. 2016. №11. С. 165.
5. *Жилиба А.И., Вандышева Г.А., Грибанов К.Г., Захаров В.И.* // Environmental Dynamics and Global Climate Change. 2011. Т.2. №1. С. 1. http://doi.org/10.17816/edgcc211-14
6. *Агеев Б.Г., Грицута А.Н., Климкин А. В., А. Н. Куряк, Осипов К. Ю., Пономарёв Ю. Н., Симонова Г. В.* // КЭ. 2017. Т. 47. № 10. С. 956.
7. *Bielecki Z., Stacewicz T., Smulko J., Wojtas J.* // Appl. Sci. 2020. V. 10. P. 5111. http://doi.org/10.3390/app10155111
8. Каталог продукции ЛЕД Микросенсор НТ. http://ru.lmsnt.com
9. *Karapuzikov A.A., Sherstov I.V., Kolker D.B., Karapuzikov A.I., Kistenev Yu. V., Kuzmin D.A., Styrov M. Yu., Dukhovnikova N.Yu., Zenov K.G., Boyko A.A., Starikova M.K., Tikhonyuk I.I., Miroshnichenko I.B., Miroshnichenko M.B., Myakishev Yu. V., Loconov V.N.* // Physics of wave phenomena. 2014. V. 22. P. 189. http://doi.org/10.3103/S1541308X14030054
10. HITRAN molecular spectroscopic database. https://hitran.org/

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

Рис. 1. Принципиальная схема течеискателя метана на основе светодиодных матриц.

Рис. 2. Спектры поглощения метана (слева) и воды (справа).

Рис. 3. Зависимость интенсивности излучения матрицы от температуры.

Рис. 4. Зависимость чувствительности фотодиода от длины волны.

Рис. 5. Спектр пропускания фильтра и спектр поглощения метана.

Рис. 6. Зависимость уровня выходного сигнала от температур, установленных на матрице и фотодиоде.

Рис. 7. Результаты тестирования течеискателя при разных концентрациях метана.

Рис. 8. Зависимость уровня сигнала от концентрации метана в ячейке.

Таблица 1. Основные параметры матрицы Lms34LED-4M-TEM-R

Параметр	Значения
Максимальная длина волны излучения, нм	3300-3440
Полуширина спектра, нм	250-600
Оптическая мощность, мкВт	500-700
Максимальный рабочий ток, А	2
Температура работы/хранения, °С	-60…+90
Корпус	TO-5 со встроенным термоэлектрическим модулем и параболический рефлектором с сапфировым стеклом

Таблица 2. Основные параметры фотодиода Lms36PD-05-TEM-R

Параметр	Условия	Значения
Диапазон максимальной чувствительность, нм	На уровне 80%	2200-3400
Темновой ток, мкА	0.1 В (при 23 °С)	197
Темновое сопротивление, кОм	10 мВ (при 23 С)	0.46
Эквивалентная моность шума, $Вт/Гц^{1/2}$	λ=3.3 мкм (при 23 °С)	$5 \cdot 10^{-12}$
Обнаружительная способность, $см \cdot Гц^{1/2}/Вт$	λ=3.3 мкм (при 23 °С)	$8.5 \cdot 10^{9}$
Размер чувствительной площадки, мм	-	0.5
Температура работы/хранения, °С	-	+5…+90
Корпус	ТО-5 со встроенным термоэлектрическим модулем и параболическим рефлектором с кварцевым стеклом	

Таблица 3. Результаты тестирования течеискателя при разных концентрациях метана

Смесь газов	Концентрация CH_4, ppm	Выходной сигнал, В	Стандартное отклонение, мВ	Стандартное отклонение, ppm
Сжатый азот	0	2.825	1	30
CH_4+N_2	100	2.821	1.8	54
CH_4+N_2	500	2.810	1.2	36
CH_4+N_2	1000	2.800	1.2	36
CH_4+N_2	10000	2.672	2.2	66

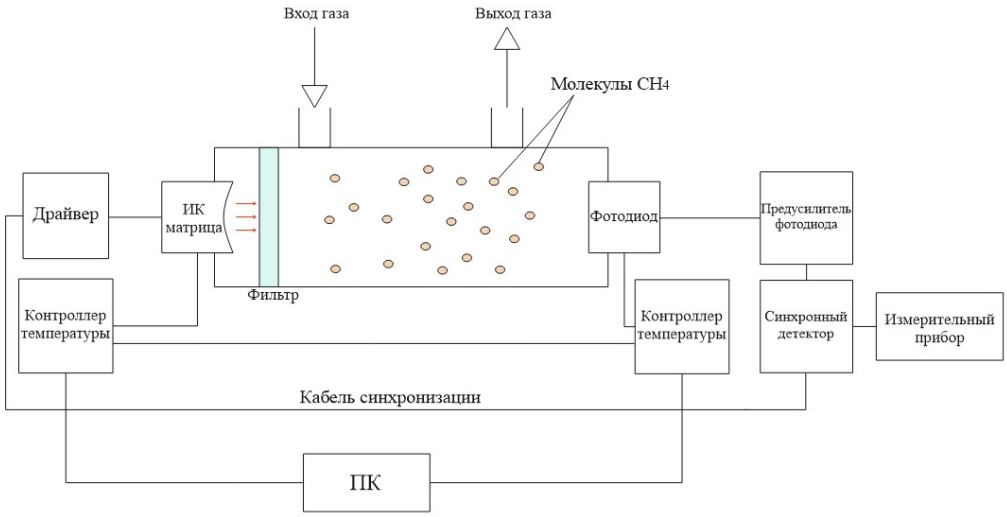
Вход газа
Выход газа
Молекулы CH4
Драйвер
ИК матрица
Фильтр
Фотодиод
Предусилитель фотодиода
Контроллер температуры
Контроллер температуры
Синхронный детектор
Измерительный прибор
Кабель синхронизации
ПК

Рис. 1.

сетку убрать

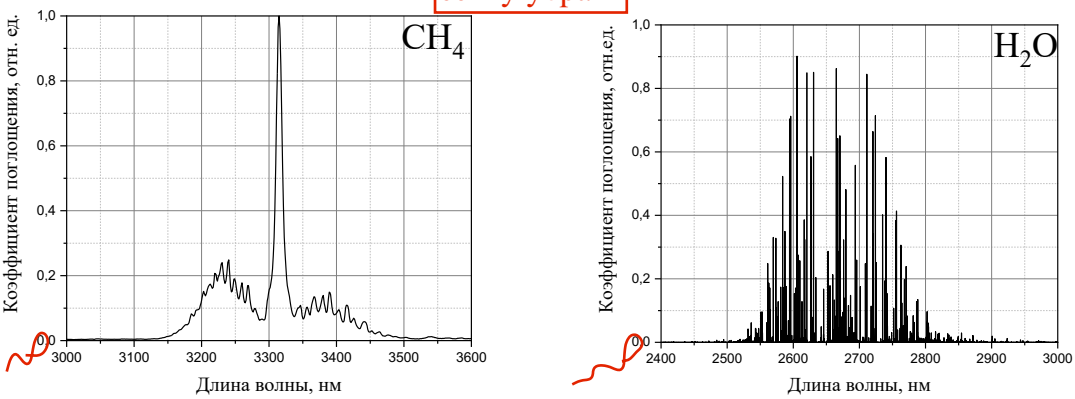

Рис. 2.

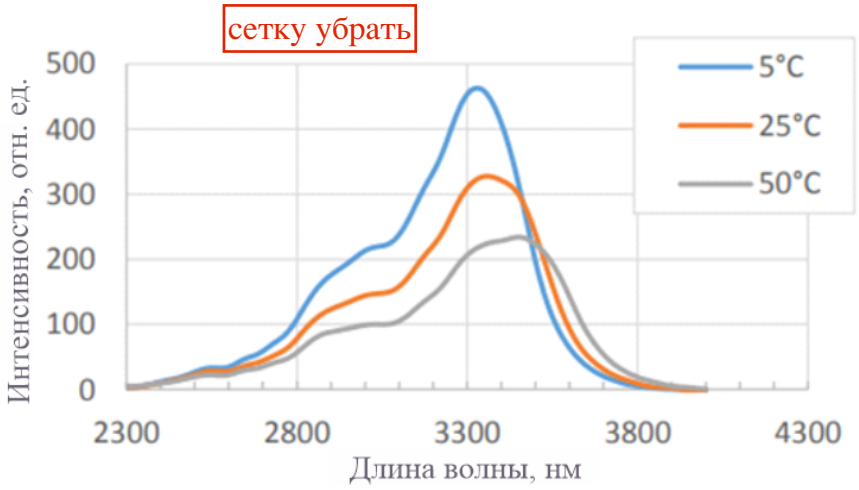
сетку убрать
Интенсивность, отн. ед.
500
400
300
200
100
0
2300
2800
3300
3800
4300
Длина волны, нм
5°C
25°C
50°C

Рис. 3.

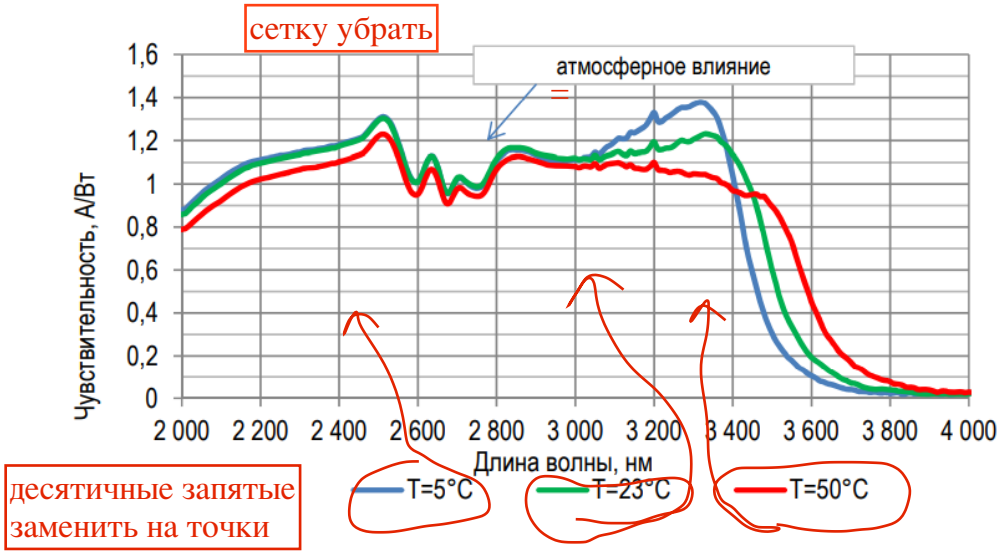
сетку убрать
атмосферное влияние
Чувствительность, А/Вт
1,6
1,4
1,2
1
0,8
0,6
0,4
0,2
0
2 000
2 200
2 400
2 600
2 800
3 000
3 200
3 400
3 600
3 800
4 000
Длина волны, нм
T=5°C
T=23°C
T=50°C
десятичные запятые заменить на точки

Рис. 4

сетку убрать

десятичные запятые заменить на точки

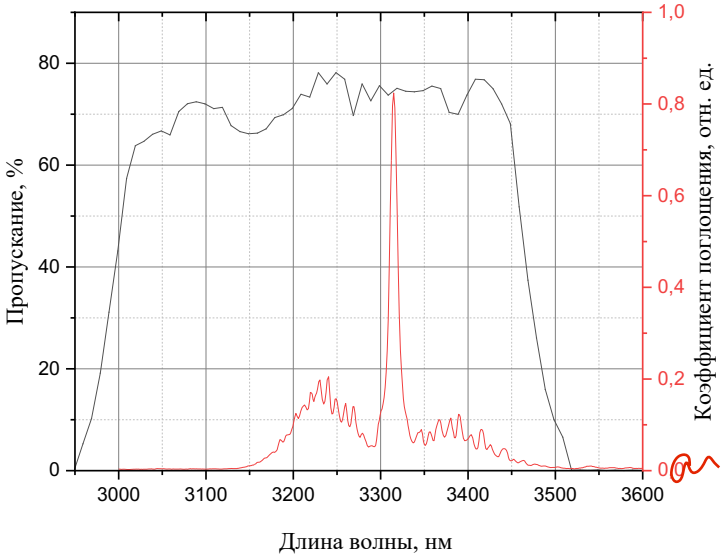

Рис. 5.

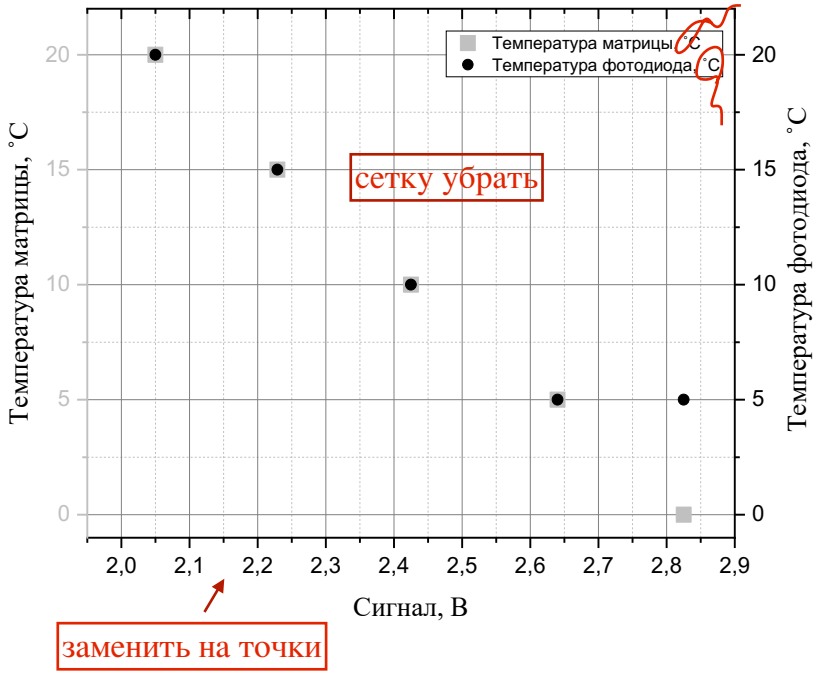
Температура матрицы, °C
Температура фотодиода, °C
Сигнал, В
Температура матрицы, °C
Температура фотодиода, °C
сетку убрать
заменить на точки
0
5
10
15
20
2,0
2,1
2,2
2,3
2,4
2,5
2,6
2,7
2,8
2,9

Рис. 6.

десятич. запятые заменить на точки

сетку убрать

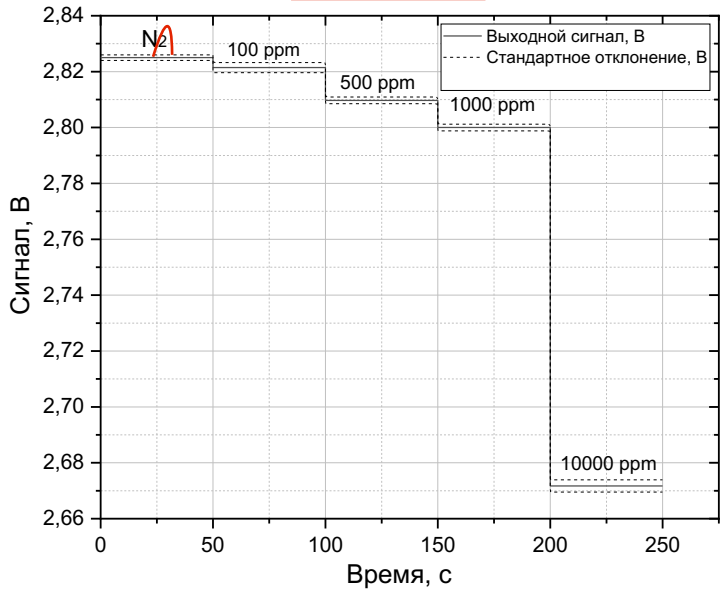

Рис. 7.

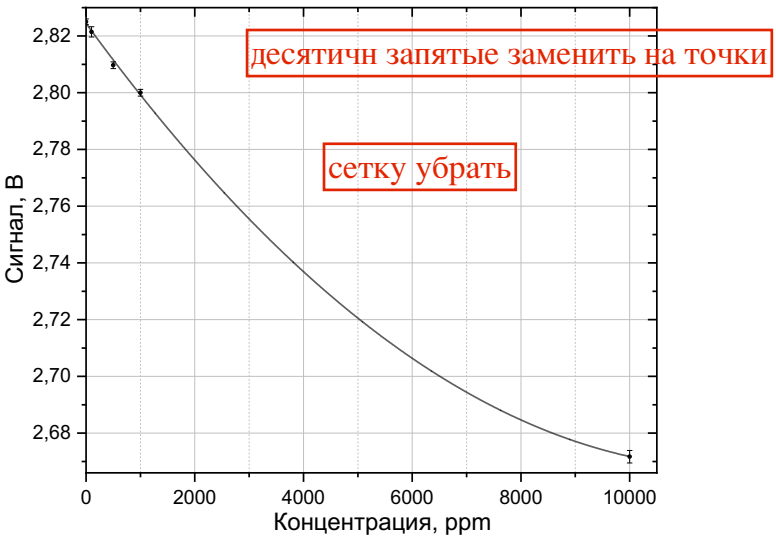
десятичн запятые заменить на точки
сетку убрать
Сигнал, В
2,82
2,80
2,78
2,76
2,74
2,72
2,70
2,68
0
2000
4000
6000
8000
10000
Концентрация, ppm

Рис. 8.

Для связи с авторами:

Бойко Андрей Александрович

E-mail: baa.nsk@gmail.com

Тел.: 8-913-718-34-68 (моб.)

Ерушин Евгений Юрьевич

E-mail: render2012@yandex.ru

Тел.: 8-996-379-28-25 (моб.)

Костюкова Надежда Юрьевна

E-mail: n.duhovnikova@gmail.com

Тел.: 8-923-222-76-73 (моб.)

Кирьякова Анастасия

E-mail: asya.kirr@ya.ru

В помощь переводчику:

DEVELOPMENT OF A LEAK DETECTOR OF METHANE BASED ON OF ABSORPTION SPECTROSCOPY USING DIODE MATRIXES

Аннотация:

The article is devoted to the study of a methane leak detector based on absorption spectroscopy. An LED matrix with a wavelength of ~3.3 μm was used as a radiation source, where one of the methane absorption lines is located. The system is temperature stabilized. A threshold sensitivity of about 60 ppm CH4 was obtained.

Информация о финансировании

The results of the work on the study of the methane absorption leak detector were carried out according to the state project FSUS-2020-0036.