

УПРАВЛЕНИЕ, ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА И ИНФОРМАТИКА

УДК 681.536.5 : 543.544

Н. О. Вздудева, аспирант, Ижевский государственный технический университет имени М. Т. Калашникова
В. Б. Гитлин, доктор технических наук, профессор, Ижевский государственный технический университет имени М. Т. Калашникова

ПОДДЕРЖАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА КОЛОНОК ХРОМАТОГРАФА ПУТЕМ ИЗМЕНЕНИЯ СКВАЖНОСТИ УПРАВЛЯЮЩИХ ИМПУЛЬСОВ

Проведено сравнение двух алгоритмов управления температурой термостата колонок, показано преимущество алгоритма с релейным управлением и представлена методика выбора параметров управления, позволяющих поддерживать в заданных пределах стабильность температуры термостата колонок в диапазоне от комнатной температуры до 320 °С.

Ключевые слова: хроматограф, регулировка температуры, скважность.

Газовый хроматограф [1, 2] предназначен для качественного и количественного анализа смесей органических и некоторых неорганических газов и жидкостей, перегоняющихся без разложения в области температур до 320 °С методами газовой хроматографии.

Температура хроматографической колонки является существенным контролируемым параметром. Стабилизация температуры повышает точность количественных измерений хроматографа. Влияние температуры на время удерживания анализируемой смеси в колонке можно грубо охарактеризовать следующим правилом: время удерживания отдельно взятого компонента пробы будет уменьшаться на 1-3 % с увеличением температуры колонки на 1 градус.

Полезный сигнал хроматографа представляет собой последовательность пиков гауссовой формы. Общий вид хроматограммы представлен на рис. 1

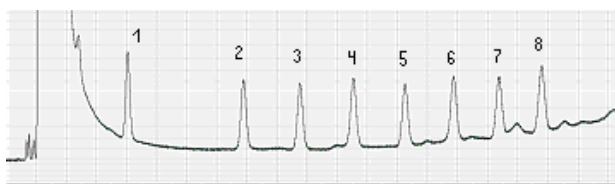


Рис. 1. Хроматограмма тестовой смеси предельных углеводородов: 1 – октан; 2 – декан; 3 – ундекан; 4 – додекан; 5 – тридекан; 6 – тетрадекан; 7 – пентадекан; 8 – гексадекан, растворитель – гексан

По расположению пика на временной оси сигнала хроматографа идентифицируют компоненты, содержащиеся в смеси. По площади пиков оценивают количество компонента. Разделение одной пары пиков может улучшаться при повышении рабочей температуры колонки, тогда как селективность разделения соседних пиков может ухудшаться. Тем не менее контроль температуры разделительной колонки является мощным инструментом в руках аналитика при разделении сложных многокомпонентных смесей.

Соответствует действительности также и другое положение: если температура аналитической колонки не контролируется, то есть опасность испортить даже самым тщательным образом разработанный метод разделения.

Действующая система управления использует релейный тип управления нагревателем путем включения и выключения нагревателя на заданное время с нужной периодичностью. Нагреваемым элементом является спираль. Принятие решения о включении нагревателя производится путем расчета управляющего значения Y по формуле

$$Y = \Delta t(n-1)k_1 + \frac{\Delta t(n-1) + \Delta t(n-2) + \Delta t(n-3) + \Delta t(n-4)}{k_2} + k_3(\Delta t(n-1) - \Delta t(n-4)), \quad (1)$$

где $t(n)$ – температура в момент времени измерения n ; $\Delta t(n) = t_{\text{зад}} - t(n)$ – отклонение текущей температуры от заданной; k_1, k_2, k_3 – коэффициенты ПИД-регулирования, подбираемые эмпирически.

Коэффициенты k_1, k_2, k_3 зависят от конкретного исполнения нагревательных элементов, от качества термоизоляции, от материала корпуса термостата и изменяются от прибора к прибору. Наличие всех этих факторов приводит к тому, что выбор значений коэффициентов k для производства хроматографа становится искусством.

Для устранения указанного недостатка было решено перейти к релейному управлению процесса нагрева колонок хроматографа на основе импульсного метода, когда интервал времени нагревания остается постоянным, а интервал до следующего включения нагревательного элемента изменяют таким образом, чтобы поддержать требуемую стабильность заданной температуры в термостате. Такой подход позволяет упростить систему управления

нагревательным элементом. Однако не ясно, сможет ли обеспечить такой метод управления требуемую стабильность заданной температуры. С целью оценки характеристик предлагаемого метода управления нагревателями были проведены следующие исследования.

Результаты предварительных экспериментов показали, что в диапазоне температур до 240 °С требуемые параметры поддержания температуры обеспечиваются при частоте дискретизации 20 Гц. Большие температуры термостата требуют большего времени нагрева, которое может быть обеспечено снижением частоты дискретизации до 10 Гц.

Для обеспечения требуемой точности поддержания температуры в изотермическом режиме работы прибора во всем рабочем диапазоне температур предлагается использовать три параметра управляющей системы.

1. Отклонение текущей температуры Δt от заданной: $\Delta t = t_{\text{зад}} - t_{\text{тек}}$. Значения Δt , обеспечивающие минимальное отклонение текущей температуры от заданной, различны для различных температур. Это связано со скоростью теплообмена при разных температурах.

Результаты эксперимента совместно с аппроксимацией результатов по методу МНК показаны на рис. 2. Из рисунка следует, что зависимость Δt от температуры достаточно хорошо аппроксимируется прямой линией:

$$\Delta t = 0,08808 - 4,91209 \cdot 10^{-4} t_{\text{зад}} \quad (2)$$

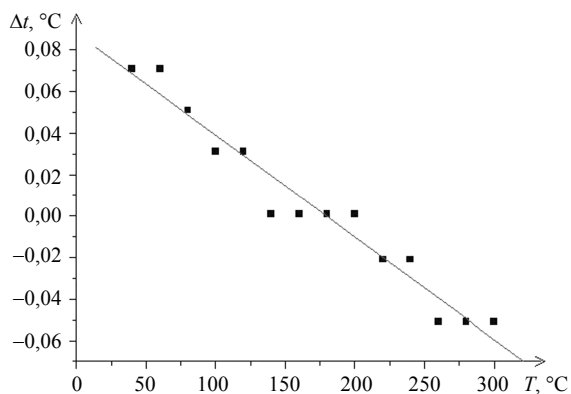


Рис. 2. Значения границы отклонения текущей температуры в зависимости от заданной

2. Минимальное значение скважности нагревающих импульсов, обеспечивающее способность выхода на заданную температуру (νk). Параметр νk определяется как отношение интервала времени между поступлением нагревающих импульсов к их длительности.

Результаты эксперимента представлены на рис. 3.

Экспериментальная зависимость скважности от температуры аппроксимируется прямой линией с большими ошибками. Нам не удалось подобрать оптимального вида аппроксимации указанной зависимости. Для снижения ошибок аппроксимации

весь диапазон температур решено разбить на поддиапазоны:

- 1) до 80 °С – линейная функция $\nu k = 50 - 0,5t_{\text{зад}}$ (20 Гц);
- 2) 80–100 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 10$ (20 Гц);
- 3) 100–120 °С – линейная функция $\nu k = 30 - 0,2t_{\text{зад}}$ (20 Гц);
- 4) 120–180 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 5$ (20 Гц);
- 5) 180–220 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 4$ (20 Гц);
- 6) 220–240 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 3$ (20 Гц);
- 7) 240–270 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 4$ (10 Гц);
- 8) 270–290 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 3$ (10 Гц);
- 9) 290–320 °С – оставлять скважность равной $\nu k = 2$ (10 Гц).

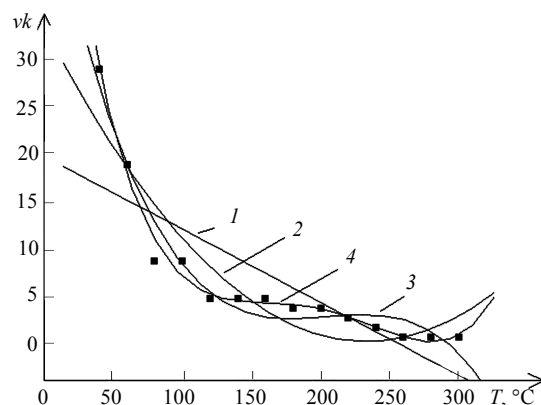


Рис. 3. Аппроксимация экспериментальных значений скважности: 1 – линейная; 2 – квадратичная; 3 – третьего порядка; 4 – четвертого порядка

3. Предельное значение скважности нагревающих импульсов, обеспечивающее защиту системы от переохлаждения (h).

Необходимость ограничения времени охлаждения объясняется инерционностью нагревателя, когда слишком большое время охлаждения, полученное из расчета, приводит к излишне большому снижению температуры. Ограничение максимального времени охлаждения исходя из учета свойств инерционности объекта соответствует принципам ПИД-регулирования [3].

На рис. 4, а, б показаны экспериментальные результаты по оценке влияния ограничения, накладываемого на параметр h , на стабильность температуры термостата. Видно, что ограничение величины h значением $h = 40$ (рис. 4, б) позволило уменьшить величину пульсаций температуры примерно в 1,5 раза по сравнению со значением $h = 80$ (рис. 4, а).

В качестве ограничения предельного значения скважности (h), обеспечивающего поддержание заданной температуры для температур меньше 115 °С,

выбрано следующее условие: прекращение процесса охлаждения и переход на нагрев, если

$$h > 350 - 3t_{\text{зад.}}$$

Выбор такого условия соответствует линейной аппроксимации зависимости, показанной на рис. 5.

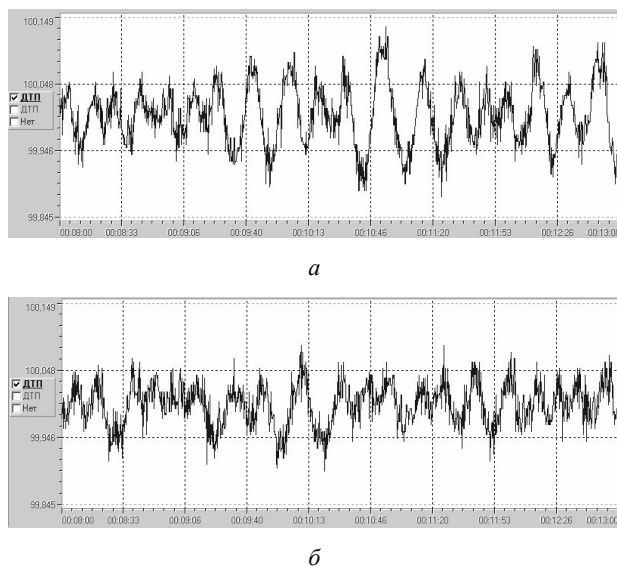


Рис. 4. График изменения температуры: а – при $h > 80$; б – при $h > 40$

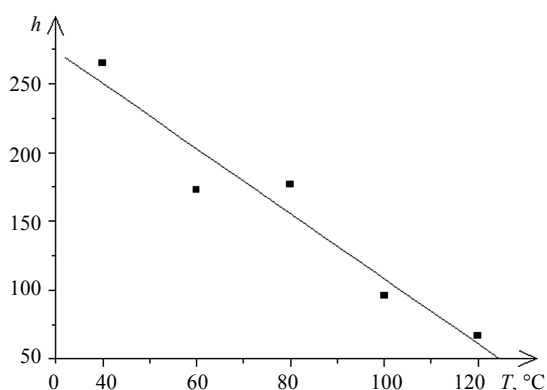


Рис. 5. Линейная аппроксимация предельной скважности

На рис 6, а, б и 7, а, б представлены результаты сравнительных экспериментов по оценке стабильности температуры термостата, определяемой алгоритмом управления с использованием формулы (1) (рис. 6, б и 7, б) и алгоритмом релейного управления (рис. 6, а и 7, а).

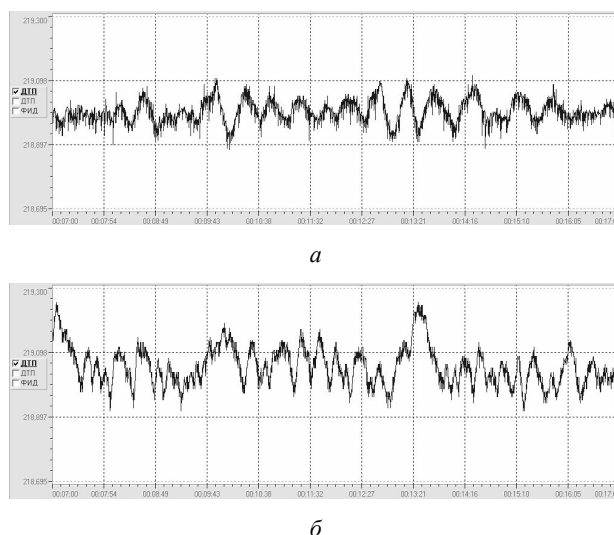


Рис. 6. Новый алгоритм релейного управления (а); старый алгоритм поддержания температуры (б)

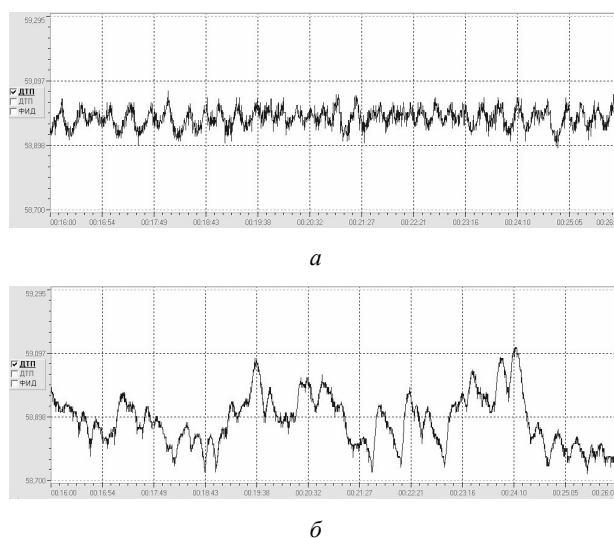


Рис. 7. Новый алгоритм релейного управления (а); старый алгоритм поддержания температуры (б)

Библиографические ссылки

1. Айвазов Б. В. Введение в хроматографию. – М. : Высш. шк., 1983.
2. Винарский В. А. Хроматография : курс лекций. В двух ч. – Ч. 1. Газовая хроматография. – Минск : БГУ, 2002. – 192 с.
3. Бесекерский В. А., Попов Е. П. Теория систем автоматического управления. – Изд. 4-е, перераб. и доп. – СПб. : Профессия, 2003. – 752 с.

N. O. Vzduleva, Post-graduate, Kalashnikov Izhevsk State Technical University
V. B. Gitlin, DSc in Engineering, Professor, Kalashnikov Izhevsk State Technical University

Temperature Control Chromatograph Solution through the Change of Driving Duty Cycle Pulses

The comparison of two algorithms for temperature control of the thermostat column was made. The advantage of the algorithm with relay control was shown. The technique was presented to choose control parameters allowing to maintain the prescribed limits of the stability of the column thermostat temperature in the range from room temperature to 320°C.

Key words: chromatograph, temperature control, duty cycle.