

Improving the process of automatic temperature stabilization in a cryovacuum installation

O. Golikov^{1*}, D. Sokolov^{1,2}, D. Yerezhep³

¹Al-Farabi Kazakh national university, Almaty, Kazakhstan

²Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan

³Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

*Corresponding author: golikov.ua@gmail.com

Abstract. This article addresses the issue of temperature stabilization in installations conducting researches on the properties of molecules at low and ultra-low temperatures. Temperature stabilization directly affects the speed and accuracy of the data obtained. Using LabView graphical environment programming tools, a control program was created for the LakeShore 325 thermal controller, which responds to the approach of the current temperature to the temperature of the control point set by the experimenter. Controls were added for the power of the heating element and the turn-on time of the PID controller, enhancing their flexibility of use. For a more accurate verification of the method, stabilization was conducted for temperature control points of 40K, 100K, 150K, and 200K. A comparison between the proposed temperature stabilization program and the standard solution, represented by a PID controller, demonstrates the advantage of the first. An increase in the speed of reaching control points by an order of two times was achieved in some cases. In addition, digitalization of the LakeShore 325 thermal controller allows further work to improve temperature stabilization. The resulting increase in the pair of parameters, such as accuracy-time of stabilization, allows experimenters in the low-temperature field to significantly improve the quality of their measurements. In addition, the introduction of a digital version of a temperature control device opens up a number of possibilities for further automation of cryovacuum installations by linking the thermal control program with other programs that record, for example, spectra at certain temperature values.

Keywords: spectral analysis, screening, infrared spectroscopy, LabView, LakeShore, PID.

1. Введение

На протяжении последних десятилетий вопрос изучения поведения различных молекул при низких и сверхнизких температурах представляет большой научный интерес [1-2]. Во-первых, наблюдение за комплексами молекул в области отрицательных температур позволяет установить термодинамику протекающих при этом процессов, определить простейшие этапы сложных реакций, обеспечить селективность процессов. Важными и актуальными являются процессы образования стеклообразных состояний различных молекул [3-7]. Во-вторых, сверхнизкие температуры существенно влияют на физико-механические (предел прочности и выносливости) и теплофизические (теплоемкость, теплопроводность, коэффициент линейного теплового расширения) свойства некоторых веществ [8-9]. В результате такого воздействия попавший под воздействие низкой температуры материал испытывает эффект хрупкого разрушения, либо изменяет одно или несколько своих теплофизических свойств. Ну и, в-третьих, исследование инфракрасных спектров молекул и молекулярных соединений в условиях низких температур позволяет получить ответы на ряд вопросов и описать ряд процессов, происходящих в отрыве от космоса [11-21].

На сегодняшний день астрохимические исследования наземных и космических лабораторий позволили получить ИК-доказательства около десятка внеземных молекул

и ионов, находящихся в твердой фазе [19]. Было выяснено, что лед H_2O и ледяные смеси с преобладанием соединения H_2O являются важной составляющей межзвездных частиц, комет и ряда внешних спутников планет [21]. Идентификация внеземных H_2O [14, 20], CH_3OH [10-12], C_2H_5OH [13, 15-16], NH_3 [22], CO_2 [23] и CH_4 в их конденсированном состоянии была выполнена с помощью сравнения спектров, сделанных в ближнем и среднем инфракрасных диапазонах (от 10000 см^{-1} до 400 см^{-1}), со спектрами этих же молекул, полученных в лабораторных условиях на земле. Полученные ИК-спектры низкомолекулярных аморфных и кристаллических твердых тел, с акцентом на аморфные льды ниже 100K, используются для изучения низкотемпературной химии межзвездных облаков и внеземных объектов Солнечной системы, таких как ice-covered moons and trans-Neptunian objects [17-18].

Несмотря на всю изученность вопроса получения ИК-спектров молекул в различных диапазонах низких температур, важной проблемой является стабилизация температуры в исследовательской установке и минимальный температурный шаг снятия ИК-спектров исследуемого образца. На данный момент проблема стабилизации решается путем использования термоконтроллеров с PID-регуляторами с нагревательным элементом до температурных точек, заданных экспериментатором. Тем не менее, подобные контроллеры температур обладают недостаточной гибкостью и часто лишены графического ин-

терфейса и специальных программ, которые позволяли бы производить более гибкую их настройку под определенные задачи. В результате всего этого страдает точность эксперимента, является невозможным снятие ИК-спектров при каких-либо определенных температурах или при малых шагах температуры, либо такое снятие занимает у экспериментатора большое количество времени.

Целью данной работы стала температурная стабилизация установки криогенного вакуумного спектрофотометра на базе КазНУ имени аль-Фараби с целью решения проблем, обозначенных выше. Преследуемые результаты включают в себя уменьшение времени эксперимента, уменьшение температурного шага снятия ИК-спектров различных молекул при низких температурах, создание более гибких условий для проведения дальнейших экспериментов.

2. Материалы и методы

Эксперименты для верификации проделанных работ выполнялись на универсальной установке криогенного вакуумного спектрофотометра криолаборатории КазНУ имени аль-Фараби. В качестве управляющего температурой элемента в данной криовакуумной установке используется термоконтроллер LakeShore 325 («LakeShore Cryotronics», США). Данная модель регулятора температуры представляет собой двухканальный регулятор, способный работать с различными видами датчиками температур (диоды, датчики температуры сопротивления, термопары). Помимо датчиков в регуляторе также присутствуют два независимых контура PID-регулирования с выходной мощностью нагревателя 25Вт и 2Вт, управляющие нагрузкой 50 Ом или 25 Ом для возможности оптимальной гибкости управления температурой в криогенной установке.

Для поставленных нами целей особую роль играет PID-регулятор, встроенный в термоконтроллер, так как именно с его помощью достигается изначальная стабилизация температуры нагревательного элемента. PID-регулятор - устройство в управляющем контуре системы, обладающее обратной связью и служащее для формирования управляющего сигнала с целью получения выходного сигнала необходимой точности. Управляющий сигнал является суммой трех других сигналов: сигнала рассогласования (пропорционален разности входного сигнала и сигнала обратной связи), интегралу сигнала рассогласования и его производной.

Таким образом, выходной сигнал регулятора u определяется как:

$$u(t) = P + I + D = K_p e(t) + K_i \int_0^t e(\tau) d\tau + K_d \frac{de}{dt},$$

$$e(t) = r(t) - y(t)$$

где $r(t)$ – входной сигнал, $y(t)$ – выходной суммарный сигнал, K_p , K_i , K_d – коэффициенты усиления соответствующих составляющих регулятора.

Несмотря на преимущества и, казалось бы, полную работоспособность PID-регулятора в качестве стабилизирующего компонента регулятора температуры, в ходе проведения экспериментов была замечена достаточно долгое достижение устанавливаемой температуры. Также, при приближении к установленной температуре замечались

значительные флуктуации в ее окрестности, которые порой доходили до 5 К, что в условиях эксперимента может вносить значительное отклонение в итоговые результаты. Было сделано предположение, что недостаточная точность и быстрота стабилизации температуры PID-регулятором связана с его невозможность «предсказывать» поведение нагревательного элемента в широком диапазоне. Вероятнее всего, из-за неравномерности отогрева после выключения охлаждающей установки машины, PID-регулятор не способен своевременно уменьшать мощность нагревания, что в результате приводит к постоянному «перепрыгиванию» через заданную температуру.

Таким образом, вводимый в установку элемент автоматизации должен в первую очередь решить вопрос предугадывания скорости отогрева подложки с образцом, чтобы минимизировать время, затрачиваемое PID-регулятором на стабилизацию температуры вблизи контрольной точки, заданной экспериментатором. Значит, данный элемент автоматизации должен иметь непосредственный контроль над термоконтроллером LakeShore 325, иметь возможность изменения мощности нагревателя, коэффициентов усиления PID-контроллера, а также, по возможности, осуществлять включение и выключение машины МакМагона, с помощью которой осуществляется понижение температуры подложки и экспериментальной камеры установки.

В качестве среды, в которой будет выполняться автоматизация, был выбран программный комплекс LabVIEW («National Instruments», США). Данная среда разработки позволяет выполнять программы, написанные на графическом языке программирования «G». Выбор обусловлен простотой реализации приложений в среде LabVIEW, широким спектром возможностей программы, а также наличием большого количества готовых решений, использование которых упростит процесс написания необходимой для решения поставленной задачи программы.

3. Результаты и обсуждение

Улучшение стабилизации PID-регулятора достигалось путем добавления в программу элементов, реагирующих на приближение текущей температуры нагреваемой подложки к той температуре, которая была задана экспериментатором. Как известно, PID-регулятор при правильной настройке параметров P, I и D тоже реагирует на приближение к контрольной точке, своевременно снижая мощность нагревателя, однако данный процесс либо протекает слишком долго, либо характеризуется большим «перескакиванием» через контрольную точку (до 1.5-2К) с последующим гармоническим выравниванием температуры. Оба варианта являются недостаточно хорошими для реалий наших исследований, проводимых на криогенном вакуумном спектрофотометре, так как в первом случае длительность эксперимента будет значительно увеличиваться в результате медленного подхода к контрольным точкам, а во втором снятие спектра в области контрольной точки будет производиться в условиях флуктуаций на более чем 1К, что также нежелательно.

Таким образом, предложенное решение включает в себе решение двух недостатков указанных выше вариантов: позволяет быстро достигать контрольной

температуры и в то же время делает флуктуации вблизи ее окрестности не такими большими. Это достигается более поздним включением PID-регулятора относительно режимов при стандартной настройке P, I, D параметров. Благодаря этому приближение к контрольной температуре происходит быстрее (из-за более продолжительной работы нагревателя на мощности 100%). Включение PID-регулятора осуществляется путем сравнения контрольной температуры с текущей температурой, инкрементированное на небольшое значение, которое было высчитано опытным путем и принято равным 0.5K. При достижении текущей температуры с инкрементирующим членом контрольной температуры, мощность нагревателя сначала сбрасывается до 5%, после чего, с небольшой задержкой, осуществляется включение pid-контроллера. После понижения мощности нагревателя температуры подложки начинает уменьшаться, однако включившийся PID-контроллер в скором времени стабилизирует температуру вблизи заданной контрольной точки.

Для подтверждения лучшей работоспособности модифицированного алгоритма стабилизации температур является необходимым его сравнение с традиционным методом регулирования с применением pid-регулятора, встроенного в термоконтроллер LakeShore 325. Важным является сравнение работы двух стабилизирующих компонентов в широком диапазоне, захватывая как области низких (меньше 100K), так и более высоких (100-200K) температур. На рисунках 1-2 представлены графики сравнения температурной стабилизации стандартного PID-регулятора термоконтроллера LakeShore 325 со стандартно выставленными параметрами $P=50$, $I=20$, $D=5$ и улучшенного (i-PID) регулятора с поправками, о которых было сказано ранее, для температур 40K, 100K, 150K и 200K. Снятие температурно-временных зависимостей производилось за 10K до контрольной точки с целью исследования более сложного процесса стабилизации, чем при небольшом шаге.

Как видно из графиков, в трех из четырех случаев нагрев до контрольной точки проходил быстрее в случае с использованием улучшенного PID-регулятора. Более медленный нагрев наблюдался только при достижении контрольной точки в 100K. Очевидно, что более быстрый нагрев подложки достигается как раз таки путем более позднего включения PID-регулятора, что позволяет до самого последнего момента держать его мощность равной 100%, а также с помощью более гибкого его использования вблизи контрольной точки.

Во всех случаях стабилизация возле контрольной точки проходила быстрее при использовании улучшенного PID-регулятора. Преимущество i-PID-регулятора особенно заметно на рисунке 1, а где стабилизация вблизи 40K была достигнута в порядка три раза быстрее, нежели при использовании стандартного PID-регулятора. Достижение контрольных точек 100K и 200K (рисунок 1, b и рисунок 2, b) с помощью i-PID-регулятора было выполнено в порядка два раза быстрее, чем при использовании стандартного PID-регулятора. При достижении контрольной точки в 150K наблюдалось лишь незначительное преимущество использования i-PID регулятора, которое в большей степени заключалось в меньшем отклонении. Более быструю стабилизацию i-PID-регулятора можно объяснить правильно выбранными моментами увеличения и уменьшения мощности

нагревательного элемента, одновременно с контролем PID-регулятора, включая и выключая его в нужное время.

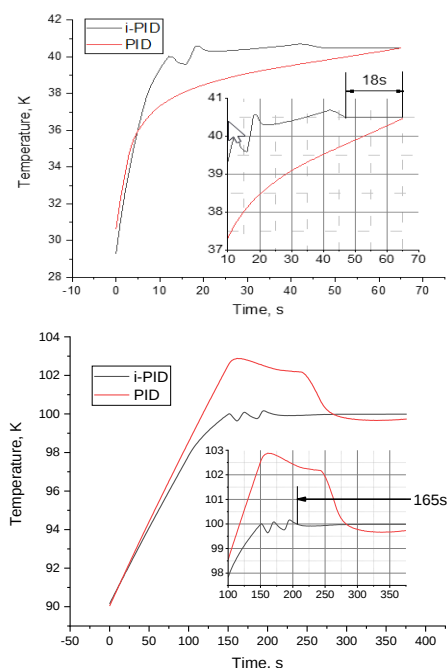


Рисунок 1. Скорость стабилизации стандартного (PID) и улучшенного (i-PID) терморегуляторов к контрольным точкам в 40K (a), 100K (b)

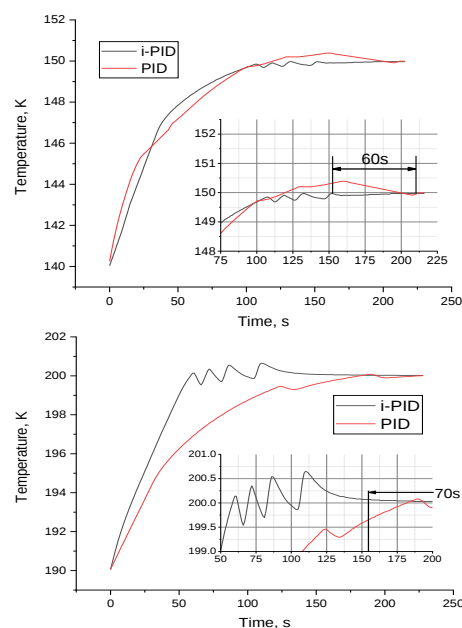


Рисунок 2. Скорость стабилизации стандартного (PID) и улучшенного (i-PID) терморегуляторов к контрольным точкам в 150K (a), 200K (b)

Стоит отметить, что более быстрое достижение контрольных точек также возможно и с помощью стандартного PID-регулятора, путем изменения коэффициентов P и I, и исключения компонента D. Тем не менее, при подобном подходе наблюдалась слишком долгая и значительная (порядка 1-2K) флуктуация, которая препятствует снятию ИК-спектров сразу после достижения контрольной точки и требует не менее долгого ожидания стабилизации, чем рассмотренный в данной статье вариант с параметрами $P=50$, $I=20$ и $D=5$.

4. Выводы

Вероятно, что полученные в данной работе результаты могут показаться незначительными. Однако, для проведения дальнейших работ по автоматизации и улучшению работы экспериментальной криовакуумной установки полученный прирост в 20-160 секунд является значительным, не говоря уже о получении изменения температуры не более 0.5K в момент достижения контрольных точек.

Можно сказать, что, несмотря на всю универсальность и точность стабилизации, PID-регулятор все же может быть улучшен путем внедрения в систему управляющего элемента, способного в обозначенные диапазоны осуществлять включение и выключение PID-регулятора, а также самостоятельно (независимо от PID-регулятора) производить изменение мощности нагревательного элемента. Собственно, в данной работе это и было продемонстрировано.

Важным вопросом является реагирование продемонстрированного i-PID-регулятора на значение шага нагрева (температурный диапазон между текущей температурой и заданной контрольной точкой), от которого в большой степени зависит время стабилизации. В данной работе был рассмотрен только случай с достаточно большим шагом нагрева, который предполагает более сложные условия стабилизации. Тем не менее, стоит изучить возможность еще более быстрого достижения и стабилизации температуры вблизи контрольной точки при меньших шагах нагрева с помощью вариации подобранного коэффициента стабилизации.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан, грант № AP08855738.

References / Литература

- [1] Lee, Y., Halperin, W.P. (2017). Recent progress and new challenges in quantum fluids and solids. *Journal of Low Temperature Physics*, 189(1), 1-14. <https://doi.org/10.1007/s10909-017-1800-4>
- [2] Jones, A.T. (2020). Progress in cooling nanoelectronic devices to ultra-low temperatures. *Journal of Low Temperature Physics*, 201(5), 772-802. <https://doi.org/10.1007/s10909-020-02472-9>
- [3] Debenedetti, P.G., Stillinger, F.H. (2001). Supercooled liquids and the glass transition. *Nature*, 410(6825), 259-267. <https://doi.org/10.1038/35065704>
- [4] Cavagna, A. (2009). Supercooled liquids for pedestrians. *Physics Reports*, 476(4-6), 51-124. <https://doi.org/10.1016/j.physrep.2009.03.003>
- [5] Ediger, M.D., Angell, C.A., Nagel, S.R. (1996). Supercooled liquids and glasses. *The journal of physical chemistry*, 100(31), 13200-13212. <https://doi.org/10.1021/jp953538d>
- [6] Hodge, I.M. (1994). Enthalpy relaxation and recovery in amorphous materials. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 169(3), 211-266. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(94\)90321-2](https://doi.org/10.1016/0022-3093(94)90321-2)
- [7] Yokoyama, D. (2011). Molecular orientation in small-molecule organic light-emitting diodes. *Journal of Materials Chemistry*, 21(48), 19187-19202. <https://doi.org/10.1039/C1JM13417E>
- [8] Galliou, S. (2011). Losses in high quality quartz crystal resonators at cryogenic temperatures. *Applied Physics Letters*, 98(9), 091911. <https://doi.org/10.1063/1.3559611>
- [9] Buehler, W.J., Gilfrich, J.V., Wiley, R.C. (1963). Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of applied physics*, 34(5), 1475-1477. <https://doi.org/10.1063/1.1729603>
- [10] Parise, B. (2004). First detection of triply-deuterated methanol. *Astronomy & Astrophysics*, 416(1), 159-163. <https://doi.org/10.1051/0004-6361:20034490>
- [11] Öberg, K.I. (2009). Formation rates of complex organics in UV irradiated CH₃OH-rich ices-I. Experiments. *Astronomy & Astrophysics*, 504(3), 891-913. <http://doi.org/10.1051/0004-6361/200912559>
- [12] Drobyshev, A. (2019). IR Spectrometry studies of methanol cryovacuum condensates. *Low Temperature Physics*, 45(4), 441-451. <https://doi.org/10.1063/1.5093525>
- [13] Aldiyarov, A. (2009). Investigation of dynamic glass transitions and structural transformations in cryovacuum condensates of ethanol. *Low Temperature Physics*, 35(4), 251-255. <https://doi.org/10.1063/1.3114588>
- [14] Drobyshev, A. (2007). Thermodesorption and IR spectrometry studies of polyamorphous and polymorphous transformations in cryovacuum condensates of water. *Fizika Nizkikh Temperatur*, 33(5). <https://doi.org/10.1063/1.2737563>
- [15] Aldiyarov, A. (2011). IR spectroscopy of ethanol in nitrogen cryomatrixes with different concentration ratios. *Low Temperature Physics*, 37(6), 524-531. <https://doi.org/10.1063/1.3622633>
- [16] Drobyshev, A. (2013). Transformation of cryovacuum condensates of ethanol near the glass transition temperature. *Low Temperature Physics*, 39(8), 714-718. <https://doi.org/10.1063/1.4818634>
- [17] Pontoppidan, K.M. (2003). A m VLT spectroscopic survey of embedded young low mass stars I-Structure of the CO ice. *Astronomy & Astrophysics*, 408(3), 981-1007. <https://doi.org/10.1146/annurev-astro-082214-122348>
- [18] McCarthy, C., Castillo-Rogez, J.C. (2013). Planetary ices attenuation properties. The science of solar system ices, Springer, New York, 183-225. https://doi.org/10.1007/978-1-4614-3076-6_7
- [19] Moore, M.H., Hudson, R.L. (1994). Far-infrared spectra of cosmic-type pure and mixed ices. *Astronomy and Astrophysics Supplement Series*, (103), 45-56
- [20] Allamandola, L.J., Tielens, A.G. (2012). Interstellar Dust. *Proceedings of the 135th Symposium of the International Astronomical Union, Held in Santa Clara, California, Springer Science & Business Media*
- [21] Baragiola, R.A. (2003). Water ice on outer solar system surfaces: Basic properties and radiation effects. *Planetary and Space Science*, 51(14-15), 953-961. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2003.05.007>
- [22] Ferraro, J.R., Sill, G., Fink, U. (1980). Infrared intensity measurements of cryodeposited thin films of NH₃, NH₄ HS, H₂ S, and assignments of absorption bands. *Applied Spectroscopy*, 34(5), 525-533
- [23] Warren, S.G. (1986). Optical constants of carbon dioxide ice. *Applied Optics*, 25(16), 2650-2674

Криовакуум қондырғысындағы температураны автоматты түрақтандыру процесін жақсарту

О. Голиков^{1*}, Д. Соколов^{1,2}, Д. Ережеп³

¹Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Алматы, Қазақстан

²Алматы Технологиялық Университеті, Алматы, Қазақстан

³Satbayev University, Алматы, Қазақстан

*Корреспонденция үшін автор: golikov.ua@gmail.com

Андатпа. Бұл мақалада төмен және өте төмен температураларда молекулалардың қасиеттеріне зерттеулер жүргізетін қондырғылардағы температураны тұрақтандыру мәселесі қарастырылады. Температураны тұрақтандыру алынған деректердің жылдамдығы мен дәлдігіне тікелей әсер етеді. LabView графикалық ортасының бағдарлама жасақтамасының құралдарын пайдалана отырып, LakeShore 325 жылу реттегіші үшін басқару бағдарламасы жасалды, ол ағымдағы температураның экспериментатор орнатқан бақылау нүктесінің температурасына жақындауына жауап береді. Қыздыру элементінің қуатын және ПИД контроллерінің қосылу уақытын басқару элементтерін қосу арқылы оларды пайдалану икемді болды. Әдісті дәлірек тексеру үшін 40K, 100K, 150K және 200K температураны бақылау нүктелері үшін тұрақтандыру жүргізілді. Ұсынылған температураны тұрақтандыру бағдарламасын ПИД контроллер түріндегі стандартты шешіммен салыстыру біріншісінің артықшылығын көрсетеді. Кейбір жағдайларда бақылау нүктелеріне жету жылдамдығын екі есеге арттыруға қол жеткізілді. Сонымен қатар, LakeShore 325 жылу реттегішін цифрландыру температураны тұрақтандыруды жақсарту бойынша әрі қарай жұмыс істеуге мүмкіндік береді. Тұрақтандыру дәлдігі-уақыты параметр жұбының артуы нәтижесінде төмен температура аймағындағы экспериментшілерге өз өлшемдерінің сапасын айтарлықтай жақсартуға мүмкіндік береді. Сонымен қатар, температураны реттейтін құрылғының цифрлық нұсқасын енгізу жылу бақылау бағдарламасын, мысалы, белгілі бір температура мәндерінде спектрлерді жазатын басқа бағдарламалармен байланыстыру арқылы криовакуумдық қондырғыларды одан әрі автоматтандыру үшін бірқатар мүмкіндіктерді ашады.

Негізгі сөздер: спектрлік талдау, скрининг, инфрақызыл спектроскопия, LabView, LakeShore, PID.

Улучшение процесса автоматической стабилизации температуры в криовакуумной установке

О. Голиков^{1*}, Д. Соколов^{1,2}, Д. Ережеп³

¹Казахский Национальный Университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан

²Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан

³Satbayev University, Алматы, Казахстан

*Автор для корреспонденции: golikov.ua@gmail.com

Аннотация. Данная статья затрагивает вопрос температурной стабилизации в установках, проводящих исследования свойств молекул при низких и сверхнизких температурах. Температурная стабилизация непосредственно влияет на скорость и точность получаемых данных. С помощью инструментов программирования графической среды LabView была создана управляющая программа для термоконтроллера LakeShore 325, реагирующая на приближение текущей температуры к температуре контрольной точки, заданной экспериментатором. Добавлением элементов управления мощностью нагревательного элемента и временем включения pid-регулятора осуществлялось более гибкое их использование. Для более точной верификации метода стабилизация производилась для контрольных точек температуры 40K, 100K, 150K и 200K. Сравнение предложенной программы стабилизации температуры со стандартным решением в виде pid-регулятора показывает преимущество первого. Был достигнут прирост скорости достижения контрольных точек в порядке двух раз в некоторых случаях. Кроме этого, цифровизация термоконтроллера LakeShore 325 позволяет проводить дальнейшие работы по совершенствованию температурной стабилизации. Полученное увеличение пары параметров точность-время стабилизации дает возможность экспериментаторам в области низких температур в разы улучшить качество проводимых ими измерений. Кроме того, внедрение цифровой версии терморегулирующего прибора открывает целый ряд возможностей по дальнейшей автоматизации криовакуумных установок путем связывания программы термоконтроля с другими программами, регистрирующими, к примеру, спектры при определенных значениях температуры, моделирования и определения параметров виброактивности роторного вала погружного центробежного насоса.

Ключевые слова: спектральный анализ, скрининг, инфракрасная спектроскопия, LabView, LakeShore, PID.

Received: 19 February 2024

Accepted: 15 June 2024

Available online: 30 June 2024