



СОГЛАСОВАНО

Заместитель руководителя ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

В. С. Александров

" 21 " 10 2005 г.

Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L»	Внесен в Государственный реестр средств измерений. Регистрационный № 30314-05 Взамен № _____
--	---

Изготовлен по технической документации фирмы ОАО «Оскольский электрометаллургический комбинат», г. Старый Оскол, зав. № 096.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L», зав. № 096 (далее спектрометр) предназначен для формирования и измерения аналитического сигнала, пропорционального интенсивности спектральных линий различных элементов. Спектрометр может быть использован для количественного спектрального анализа практически любых веществ, предварительно переведенных в раствор или взвесь, на машиностроительных и металлургических предприятиях и в научно-исследовательских институтах.

ОПИСАНИЕ

В основу работы спектрометра «UV – 25 L» положен метод эмиссионного спектрального анализа, использующий зависимость интенсивности спектральных линий от содержания элементов в пробе.

Спектрометр состоит из источника индуктивно-связанной плазмы (ИИСП) «Луч 2000», состоящего из высокочастотного генератора (ВЧГ), блока питания ВЧГ (БП ВЧГ), устройства бесперебойного питания, контроллера ИИСП, юстировочного стола, согласующего устройства (СУ) с плазменным отсеком (в котором расположена горелка), распылителя, перистальтического насоса, блока регуляторов расхода газа (РРГ), системы водоохлаждения горелки и индуктора, емкости для слива жидкости из распылителя и монтажно-присоединительных элементов; вакуумной спектрохимической системы UV-25 ИСП, а также автоматизированной системы управления на базе IBM-совместимого компьютера.

В спектрометре «UV – 25 L» в качестве источника возбуждения спектров применяется индуктивно-связанная плазма, которая представляет собой плазму в потоке инертного газа (аргона), возбуждаемую высокочастотным электромагнитным полем в специальной горелке. Жидкая проба с помощью перистальтического насоса подается в распылитель, куда подается также аргон из системы подачи аргона. В распылителе из пробы создается аэрозоль, который с потоком аргона подается в горелку. Горелка состоит из трех концентрических кварцевых трубок специальной формы. В горелку подаются три газовых потока: плазмообразующий Г1, вспомогательный Г2 для поддержания плазмы над средней трубкой и транспортирующий частицы аэрозоля пробы в плазму Г3. Электрический ток высокой частоты, текущий через индуктор, возбуждает ВЧ магнитное поле, которое,

в свою очередь, индуцирует внутри индуктора и наружной трубки над средней трубкой вторичное вихревое электрическое ВЧ поле. Это вторичное электрическое ВЧ поле (после подачи высоковольтной поджигающей искры) возбуждает разряд в потоке рабочего газа внутри горелки в области индуктора. Этот разряд имеет тороидальную форму: области разряда вблизи индуктора имеют очень высокую температуру ($\sim 10\,000\text{ K}$), а осевая центральная зона относительно холодная и в ней температура меняется вверх по оси от комнатной до $6\,000 - 8\,000\text{ K}$ в $10 - 15\text{ мм}$ над индуктором в аналитической зоне. В аналитической зоне возбуждаются и атомы, и ионы подавляющего большинства химических элементов, что и дает возможность одновременно определять содержание практически всех химических элементов. При последующем переходе возбужденных атомов и ионов на нижние электронные уровни происходит испускание излучения характерного спектрального состава. Поток аргона Г1 самый большой по величине: не менее 4 л/мин . Он несет функцию не только плазмообразования, но и создает бесплазменный газовый слой между плазмой и стенкой кварцевой трубки с одновременным охлаждением последней. То есть Г1 минимизирует воздействие горячей плазмы на стенку, минимизируя тем самым обратное поступление продуктов сгорания пробы со стенки в аналитическую зону. В спектрометре применяются водоохлаждаемые горелки, в которых наружная кварцевая трубка горелки дополнительно к охлаждению изнутри потоком Г1 охлаждается еще и потоком воды снаружи. Это дает не только существенную экономию аргона, но еще и большую чистоту плазмы за счет еще более низкой температуры стенки горелки и практически полному отсутствию обратного поступления продуктов сгорания пробы со стенки в аналитическую зону. Поток аргона Г2 небольшой – порядка $0,1 - 1,0\text{ л/мин}$, и предназначен для отодвигания горячей плазмы от торца средней трубки и торца инжектора (центральной трубки), также обеспечивая тем самым чистоту анализа. Поток аргона Г3 – пробонесущий, величиной порядка $0,5 - 1,5\text{ л/мин}$.

Полихроматор представляет собой вакуумный спектральный прибор, предназначенный для получения спектра излучения исследуемой пробы и выделения из спектра аналитических спектральных линий. Излучение от источника света – ИСП, с помощью объектива с сохраняющими вакуум двойными линзами попадает на входную щель полихроматора шириной 20 мкм и далее на вогнутую дифракционную решетку. Полихроматор собран по схеме Пашен-Рунге. В нем входная щель, вогнутая дифракционная решетка и выходные щели установлены на круге Роуланда с диаметром 1 м . Вогнутая дифракционная решетка с числом штрихов на миллиметр 2160 и эффективным размером $50 \times 44\text{ мм}$, работает в первом порядке дифракции и разлагает поток излучения в спектр, фокусируя его на дуге круга Роуланда в диапазоне $160 - 430\text{ нм}$. Выходные щели шириной $40, 75$ и 150 мкм устанавливаются индивидуальным образом для выделения конкретных длин волн. За выходными щелями излучение, соответствующее конкретной спектральной линии, фокусируется с помощью цилиндрического зеркала с соответствующим фокусным расстоянием на электровакуумном фотозlemente. Специальный attenuator с 20 позициями на прецизионных резисторах, установленных для каждого ФЭУ, обеспечивает динамический диапазон, превышающий 3000 .

В состав вакуумно-газовой системы контроля для автоматического контроля за циклами предварительной очистки сильной струей газа и экспозиции входят соленоиды. Ручной переключатель позволяет осуществлять индивидуальную работу соленоидов. Для всех циклов предусмотрены соответствующие прерыватели. Давление в камере полихроматора измеряется вакуумным манометром.

Управление процессом измерения и обработки выходной информации осуществляется от IBM-совместимого компьютера с помощью специального программного обеспечения ПО-ИСПС-02. Программным образом осуществляется настройка прибора, управление его работой, обработка выходной информации, печать и запоминание результатов анализа.

Основные технические характеристики

Основные технические характеристики спектрометра приведены в таблицах 1, 2.

Таблица 1.

Определяемые элементы	Диапазоны измерений массовой доли элементов, ppm	Пределы допускаемой относительной погрешности прибора, %
Mg, Zn	от 0,0050 до 50 вкл.	± 10
Mn, Ti	от 0,010 до 50 вкл.	± 10
Zr, V, Fe, Ag, Co, Al, Ni, S, As	от 0,050 до 50 вкл.	± 10
Cu, B, Ca	от 0,10 до 50 вкл.	± 10
Mo	от 0,150 до 50 вкл.	± 10
Sn, Cr, Nb, Si, Sb, Pb, P, W	от 0,50 до 50 вкл.	± 10

Таблица 2.

Наименование характеристики	Значение характеристики
1	2
Рабочий спектральный диапазон, нм	от 160 до 430
Обратная линейная дисперсия, нм/мм	0,46
Фокусное расстояние, м	1,0
Дифракционная решетка: число штрихов на мм размер заштрихованной площади, мм	2160 50×44
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей, %	3,0
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей за 5 часов работы, %	10,0
Фотоприемники - ФЭУ: - R 166 УН - R 105 УН - 1R28UVFILT	18 6 6
Источник индуктивно-связанной плазмы «Луч 2000»: частота работы ВЧ-генератора, МГц выходная мощность, кВт расход аргона, л/мин расход жидкой пробы, мл/мин	27,12 или 40,68 (опция) 0,2 ÷ 2,0 5 ÷ 15 0,05 ÷ 3,0
Характеристики компьютера: программное обеспечение процессор, не ниже винчестер, не менее оперативная память, не менее обязательно наличие:	IBM – совместимый ПК Windows 98 или выше Pentium IV, 1800МГц 40 Гб 256 Мб DDR CDE-RW 48 × 12 × 48 3 × COM, LPT, 5 × USB
Электрическое питание: однофазная сеть переменного тока трехфазная сеть переменного тока с нулевым проводом	(220 \pm ²² ₃₃) В, (50 \pm 1) Гц (380 \pm ³⁸ ₅₇) В, (50 \pm 1) Гц
Потребляемая мощность, не более, кВт	5,0
Габаритные размеры (длина × ширина × высота), не более, мм	1755×795×1465

Продолжение таблицы 2.

Наименование характеристики	Значение характеристики
1	2
Масса, не более, кг	
- источника индуктивно-связанной плазмы «Луч 2000»:	150
- спектрохимической системы UV-25 ИСП	950
Время установления рабочего режима, не более, ч	2
Средний срок службы, не менее, лет	7
Условия эксплуатации:	
диапазон температуры окружающего воздуха, °С	18 ÷ 25
изменение установленной температуры, не более, °С	2,5
диапазон атмосферного давления, кПа	84,0 ÷ 106,7
диапазон относительной влажности, % при t = 25 °С	20 ÷ 60

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на титульный лист Руководства по эксплуатации спектрометра атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L», типографским способом и на этикетку, приклеенную на корпус прибора липкой аппликацией по ТУ 29.01-46-81.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплектность поставки спектрометра атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L», зав. № 096 приведена в таблице 3.

Таблица 3.

Поз.	Наименование и условное обозначение	Примечание	Кол.
1	Источник индуктивно-связанной плазмы «Луч 2000»		1
2	Спектрохимическая система UV-25 ИСП		1
3	Компьютер		1
4	Программное обеспечение ПО-ИСПС-02		1
5	Комплект кабелей спектрометра		1
6	Комплект ЗИП		1
7	<u>Комплект документации:</u>		
7.1	Руководство по эксплуатации спектрометра атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L»		1
7.2	Методика поверки спектрометра атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L» (Приложение А к Руководству по эксплуатации)		1

ПОВЕРКА

Поверка спектрометра атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L», зав. № 096, осуществляется в соответствии с документом «Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L». Методика поверки», утвержденным ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 05 августа 2005 г., и являющимся Приложением А к Руководству по эксплуатации на спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L».

Основные средства поверки:

1. ГСО состава стали углеродистой типа Ст0 (С2), № по Госреестру 888-93П.
2. ГСО состава стали легированной типов 40ХН2МА, 20ХГНТР (УНЛ7), 38Х2МЮА (УНЛ14), 12Х1МФ (УНЛ6), 10ХСНД (УНЛ10), №№ по Госреестру 299-92П, 1557-91П, 1640-88П, 1809-91П, 2771-91П.

Межповерочный интервал - 1 год.

НОРМАТИВНЫЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

1. ГОСТ 12997-84. Изделия ГСП. Государственная система промышленных приборов и средств автоматизации. Общие технические условия.
2. Техническая документация фирмы-изготовителя

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Тип спектрометра атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой «UV – 25 L», зав. № 096, утвержден с техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в настоящем описании типа, и метрологически обеспечен после ремонта и в эксплуатации.

Предприятие - заявитель – ОАО «Оскольский электрометаллургический комбинат»,

г. Старый Оскол

Адрес – 309515, г. Старый Оскол Белгородской области

Телефон: (0725) 37-27-07

Факс: (0725) 32-94-29

E-mail: dolganuk@oemk.ru

Руководитель НИО госэталонов
в области физико-химических измерений
ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



Л. А. Конопелько

Главный специалист по разработкам и
исследованиям атомно-эмиссионных приборов
ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А. Н. Самохин

Представитель ОАО «Оскольский
электрометаллургический комбинат»
Технический директор – начальник ТУ



Е. И. Гонтарук