



СОГЛАСОВАНО

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

В. С. Александров

" 19 " 01

2005 г.

Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС – 51 «СЛМ»	Внесен в Государственный реестр средств измерений. Регистрационный № 31043-06 Взамен № _____
---	---

Изготовлен по технической документации фирмы ЗАО "Спектральная лаборатория", г. Санкт-Петербург, зав. № 0405.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛМ» (далее спектрометр) предназначен для формирования и измерения аналитического сигнала, пропорционального интенсивности спектральных линий различных элементов. Спектрометр может быть использован для количественного эмиссионного спектрального анализа металлов и сплавов на машиностроительных и металлургических предприятиях и в научно-исследовательских институтах в соответствии со стандартами или другими, документами, регламентирующими методики количественного химического анализа.

Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛМ», зав. № 0405, настроен изготовителем на анализ:

- чугунов - в соответствии с ГОСТ 27611-88,
- сталей - в соответствии с ГОСТ 18895-97,
- бронз безоловянных - в соответствии с ГОСТ 20068.2-79,
- медно-цинковых сплавов – в соответствии с ГОСТ 9716.2-79.

ОПИСАНИЕ

В основу работы спектрометра ДФС-51 «СЛМ» положен метод эмиссионного спектрального анализа, использующий зависимость интенсивности спектральных линий от содержания элементов в пробе.

Спектрометр состоит из источника возбуждения спектра ИВС-500-4, в состав которого входят генератор ИВС-500-4 и блок поджига; вакуумного полихроматора со специальным штативом, продуваемым аргоном, устройства электронно-регистрирующего «SL» многоканальных фотоэлектрических систем с блоком питания, стенда очистки и осушки аргона, а также автоматизированной системы управления на базе IBM-совместимого компьютера.

Проба, химический состав которой надо определить, устанавливается в штатив и выполняет функцию одного из электродов. Между пробой и подставным электродом при помощи источника возбуждения спектров возбуждается электрический разряд – низковольтная конденсированная искра с электронным амплитудным управлением. В разряде происходит возбуждение атомов и ионов пробы. При последующем переходе возбужденных атомов и ионов на нижние электронные уровни происходит испускание излучения характерного спектрального состава.

Полихроматор представляет собой вакуумный спектральный прибор, предназначенный для получения спектра излучения исследуемой пробы и выделения из спектра одновременно до 24 аналитических спектральных линий. Поток излучения, создаваемый светящимся разрядом между электродом и исследуемым образцом, конденсорной линзой направляется через входную щель на

дифракционную решетку. Полихроматор представляет собой схему Пашен-Рунге, в которой входная щель, вогнутая дифракционная решетка и выходные щели установлены на круге Роуланда с диаметром 1 м. Вогнутая дифракционная решетка с радиусом кривизны 1000 мм, числом штрихов на миллиметр 2400, размером заштрихованной площади 30x40 мм, работает в первом порядке дифракции и разлагает поток излучения в спектр, фокусируя его на дуге круга Роуланда в диапазоне 175-340 нм. Выходные щели высотой 15 мм, шириной 0,040 мм и 0,075 мм выделяют из спектра участки с шириной 0,022 нм и 0,041 нм. За выходными щелями расположены зеркала, которые отклоняют излучение и фокусируют его на фотокатоды ФЭУ-39А. Зеркала и фотоумножители размещены в три ряда. В первом ряду устанавливаются плоские зеркала, во втором и третьем - сферические.

Основными элементами вакуумной системы являются форвакуумный насос, обеспечивающий давление 6,6 Па (5×10^{-2} мм.рт.ст.) в полихроматоре, и ловушка со стекловатой для улавливания паров масла из насоса. Давление в камере полихроматора измеряется вакуумметром с манометрическим преобразователем. Аргон поступает в разрядную камеру через схему продувки аргонном со стороны конденсорной линзы по конусному каналу столика штатива, а выходит через специальное отверстие. Если в качестве подставного электрода используется jet-электрод, тройник и ручной клапан обеспечивают дополнительно подачу аргона в камеру вдоль оси jet-электрода. Контроль скорости подачи и давления аргона в системе, а также проверка герметичности всей системы осуществляется по ротаметру и манометру. Герметичный штатив, продуваемый аргонном, закреплен на корпусе спектрометра. В штативе предусмотрено водяное охлаждение корпуса разрядного столика, необходимое при анализе чугунов в режиме мощного обжига. Стенд очистки и осушки аргона предназначен для очистки и осушки промышленного газообразного аргона.

В качестве приёмников излучения используются фотоэлектронные умножители ФЭУ-39А с торцовым полупрозрачным сурьмяноцезиевым фотокатодом и входным окном из кварцевого стекла. Электронно-регистрирующее устройство (ЭРУ) «SL» предназначено для приема, накопления и хранения электрических сигналов, полученных с анодов фотоэлектронных умножителей (ФЭУ), преобразования этих сигналов в цифровой код, ввода в персональный компьютер типа IBM PC с последующей обработкой в ПЭВМ информации и вывода на печатающее устройство данных о содержании анализируемых элементов в пробе.

Управление процессом измерения и обработки выходной информации осуществляется от IBM-совместимого компьютера с помощью специального программного обеспечения «GRAD», являющегося составной частью электронно-регистрирующего устройства «SL». Программным образом осуществляется настройка прибора, построение градуировочных зависимостей на основе анализа стандартных образцов, оптимизация параметров работы спектрометра, управление его работой, обработка выходной информации, печать и запоминание результатов анализа.

Основные технические характеристики

Таблица 1.

Наименование характеристики	Значение характеристики
1	2
Рабочий спектральный диапазон, нм	от 175 до 340
Обратная линейная дисперсия, нм/мм	0,41±0,10
Минимальное расстояние между двумя аналитическими линиями, нм	1,7
Дифракционная решетка:	
число штрихов на мм	2400
рабочий порядок	первый
радиус кривизны, мм	1000
длина волны максимальной концентрации энергии, нм	180
размер заштрихованной площади, мм	30×40

Продолжение таблицы 1.

Наименование характеристики	Значение характеристики
1	2
Входная щель: рабочая высота, мм пределы раскрытия, мм цена деления барабанчика перемещения входной щели, мкм	15 от 0 до 0,40 2
Выходные щели: высота, мм ширина, мм	15 0,040; 0,075
Приемники излучения	ФЭУ – 39А
Количество приемных каналов	24
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей, %	0,30
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей за 8 часов работы, %	1,0
Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов, установленные изготовителем, % для S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, V, Ti, As - при анализе чугунов для C, S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Co, Cu, Al, As, Mo, W, V, Ti - при анализе сталей для Fe, Mn, Si, Pb, Ni, Zn, Sn, As, Al, Ti - при анализе бронз безоловянных для Pb, Fe, Sn, Ni, Al, As, Si, Bi, Sb, Mn- при анализе медно-цинковых сплавов	от 0,005 до 2,0* от 0,002 до 35,0* от 0,001 до 11,5* от 0,001 до 4,10*
Погрешность при измерении массовой доли определяемого элемента, не более, % для S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, V, Ti, As - при анализе чугунов для C, S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Co, Cu, Al, As, Mo, W, V, Ti - при анализе сталей для Fe, Mn, Si, Pb, Be, Ni, Zn, Sn, As, Al, Ti - при анализе бронз безоловянных для Pb, Fe, Sn, Ni, Al, As, Si, Bi, Sb, Mn- при анализе медно-цинковых сплавов	от $\pm 0,005$ до $\pm 0,12^*$ от $\pm 0,002$ до $\pm 0,44^*$ от $\pm 0,00021$ до $\pm 1,31^*$ от $\pm 0,00028$ до $\pm 0,84^*$
Расхождение результатов двух параллельных измерений, не более, % для S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, V, Ti, As - при анализе чугунов для C, S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Co, Cu, Al, As, Mo, W, V, Ti - при анализе сталей для Fe, Mn, Si, Pb, Be, Ni, Zn, Sn, As, Al, Ti - при анализе бронз безоловянных для Pb, Fe, Sn, Ni, Al, As, Si, Bi, Sb, Mn- при анализе медно-цинковых сплавов	от 0,004 до 0,11* от 0,002 до 0,46* от 0,00025 до 1,38* от 0,00033 до 0,90*
Источник возбуждения спектра (режим – низковольтная конденсированная искра с электронным амплитудным управлением): характер разряда емкость конденсатора разрядного контура, мкФ частота следования разрядных импульсов, Гц сопротивление разрядного контура, Ом	ИБС-500-4 искра CRL 2,2; 4,4; 7,7 200, 300, 400, 500 2,2; 4,4
Электрическое питание: однофазная сеть переменного тока трехфазная сеть переменного тока с нулевым проводом	$(220 \pm^{22}_{33})$ В, (50 ± 1) Гц $(380 \pm^{38}_{57})$ В, (50 ± 1) Гц
Потребляемая мощность, не более, кВА	5,0
Требования к компьютеру: операционная система процессор свободное пространство на жестком диске, не менее один дисковод для дискет наличие одного пустого слота	IBM – совместимый ПК MS DOS не ниже 3.1 от AT 286-12 МГц до PEN- TIIUM II PCI 4 Мбайт 1,44 Мбайт USB интерфейс

Продолжение таблицы 1.

Наименование характеристики	Значение характеристики
1	2
Габаритные размеры, не более, мм	
- источника возбуждения спектров ИВС-500-4:	
- генератора	145×275×450
- устройства поджига	105×110×190
- полихроматора	1830×1230×1365
- стенда очистки и осушки аргона	1135×475×1540
Масса, не более, кг	
- источника возбуждения спектров ИВС-23:	
- генератора	12
- устройства поджига	0,5
- полихроматора	700
- электронно-регистрирующего устройства	10
- стенда очистки и осушки аргона	180
Время установления рабочего режима, не более, ч	4
Средний срок службы, не менее, лет	7
Условия эксплуатации:	
диапазон температуры окружающего воздуха, °С	18 ÷ 26
изменение установленной температуры, не более, °С	±1
диапазон атмосферного давления, кПа	84,0 ÷ 106,7
диапазон относительной влажности, % при t = 25 °С	20 ÷ 70

* - Диапазоны измерений, границы погрешности (при P=0,95) и допускаемые расхождения результатов измерений (при P=0,95) для каждого из определяемых элементов соответствуют указанным в ГОСТ 27611-88 при анализе чугунов, ГОСТ 18895-97 при анализе сталей, ГОСТ 20068.2-79 при анализе бронз безоловянных, ГОСТ 9716.2-79 при анализе медно-цинковых сплавов.

Примечание: При измерении массовой доли Cr и Ni в сталях в диапазоне свыше 10 % до 20 % погрешность не более ±0,35 %, расхождение результатов двух параллельных измерений не более 0,36 %; в диапазоне свыше 20 до 35 % погрешность не более ±0,44 %, расхождение результатов двух параллельных измерений не более 0,46 %.

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на титульный лист Руководства по эксплуатации спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛМ» СЛ 30.67.025.006.02РЭ типографским способом и на этикетку, приклеенную на корпус прибора липкой аппликацией по ТУ 29.01-46-81.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплектность поставки спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛМ», зав. № 0405 приведена в таблице 2.

Таблица 2.

Поз.	Наименование и условное обозначение	Примечание	Кол.
1	Источник возбуждения спектров ИВС-500-4		1
2	Полихроматор вакуумный		1
3	Устройство электронно-регистрирующее «SL»		1
4	Стенд очистки и осушки аргона		1

Продолжение таблицы 2.

Поз.	Наименование и условное обозначение	Примечание	Кол.
5	Программное обеспечение «GRAD»		1
6	Комплект кабелей спектрометра		1
7	Комплект ЗИП полихроматора		1
8	Комплект ЗИП электронно-регистрирующего устройства		1
9	Комплект ЗИП электропечи ПМП-1,0-6		1
10	Комплект документации:		
10.1	Руководство по эксплуатации спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛМ»	СЛ 30.67.025.006.02РЭ	1
10.2	Формуляр на спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛМ»	СЛ 30.67.025.006.02 ФО	1
10.3	Руководство по эксплуатации источника возбуждения спектра ИВС-500-4	ИВС-500.04.000 РЭ	1
10.4	Паспорт источника возбуждения спектра ИВС-500-4	ПС 4434-009-34303137-04	1
10.5	Паспорт и техническое описание на электронно-регистрирующее устройство «SL» многоканальных фото-электрических систем с блоком питания		1
10.6	Описание и инструкция оператору программного обеспечения «GRAD»		1
10.7	Методика поверки спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛМ» (Приложение А к Руководству по эксплуатации)	4434-008-34303137-04-02 МП	1

ПОВЕРКА

Поверка спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛМ», зав. № 0405, осуществляется в соответствии с документом «Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛМ». Методика поверки 4434-008-34303137-04-02 МП», утвержденным ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 07 ноября 2005 г., и являющимся Приложением А к Руководству по эксплуатации на спектрометр эмиссионный ДФС-51 «СЛМ».

Основные средства поверки:

1. ГСО состава сталей углеродистых типов Ст0, Ст5сп, 60, 85 № по Госреестру ГСО 2717-93П ÷ 2721-93П (комплект УГ17д – УГ21д).
2. ГСО состава стали легированной типов 12Х18Н9Т, 12Х18Н10Т, 17Х18Н9, 12Х18Н12Т № по Госреестру 4506-92П ÷ 4510-92П (комплект ЛГ32в – ЛГ36в).
3. ГСО для спектрального анализа бронзы БрАЖ-9-4 № по Госреестру 417-73 ÷ 422-73 (комплект М7).
4. ГСО состава бронзы безоловянной типа БрАЖНМц9-4-4-1 № по Госреестру 3801-92 ÷ 3805-92 (комплект М49).
5. ГСО состава сплавов медно-цинковых типа ЛС60-1, ЛС59-1 № по Госреестру 2667-83 ÷ 2671-83 (комплект М96).
6. ГСО состава латуни свинцовой типов ЛС59-1, ЛС60-1, ЛС63-3, ЛС64-2, ЛС74-3 № по Госреестру 976-76 ÷ 989-76 (комплект М15).
7. ГСО состава чугуна легированного типов ЧХ1, ЧН2Х, ЧНХТ, ЧНХМД № по Госреестру 102-96 (комплект ЧГ12а – ЧГ17а).

Межповерочный интервал - 1 год.

НОРМАТИВНЫЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

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

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Тип спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛМ», зав. № 0405, утвержден с техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в настоящем описании типа, и метрологически обеспечен при выпуске из производства, после ремонта и в эксплуатации.

Предприятие - изготовитель – ЗАО «Спектральная лаборатория», г. Санкт-Петербург

Адрес – 191123, г. Санкт-Петербург, а/я 500

Телефон /факс – (812) 272-98-96, 273-86-24

E-mail: sp@mail.wplus.net

Предприятие - заявитель – ОАО «АК «ОЗНА», г. Октябрьский

Адрес – 452620, Республика Башкортостан, г. Октябрьский,
ул. Северная, д. 60

Телефон – (34767) 405-76, 447-06, факс – (34767) 405-67

E-mail: ozna@bashnet.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 «АК «ОЗНА»
Главный инженер



А. Р. Агадулин