

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры эмиссионные вакуумные ДФС-51 «СЛ»

Назначение средства измерений

Спектрометры эмиссионные вакуумные ДФС-51 «СЛ» предназначены для измерения содержания различных элементов, входящих в состав металлов и сплавов в соответствии со стандартизированными и аттестованными методиками (методами) измерений.

Описание средства измерений

В основу работы спектрометра ДФС-51 «СЛ» 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. Рабочая высота входной щели составляет 15 мм, пределы раскрытия от 0 до 0,40 мм. Цена деления барабанчика перемещения входной щели составляет 2,5 мкм. 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. Длина волны максимальной концентрации энергии составляет 180 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. Количество приемных каналов может достигать 24. 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 аргоном 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 аргоном, 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 сурьмяно-цезиевым 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.

Внешний вид спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ» приведен на рисунке 1.

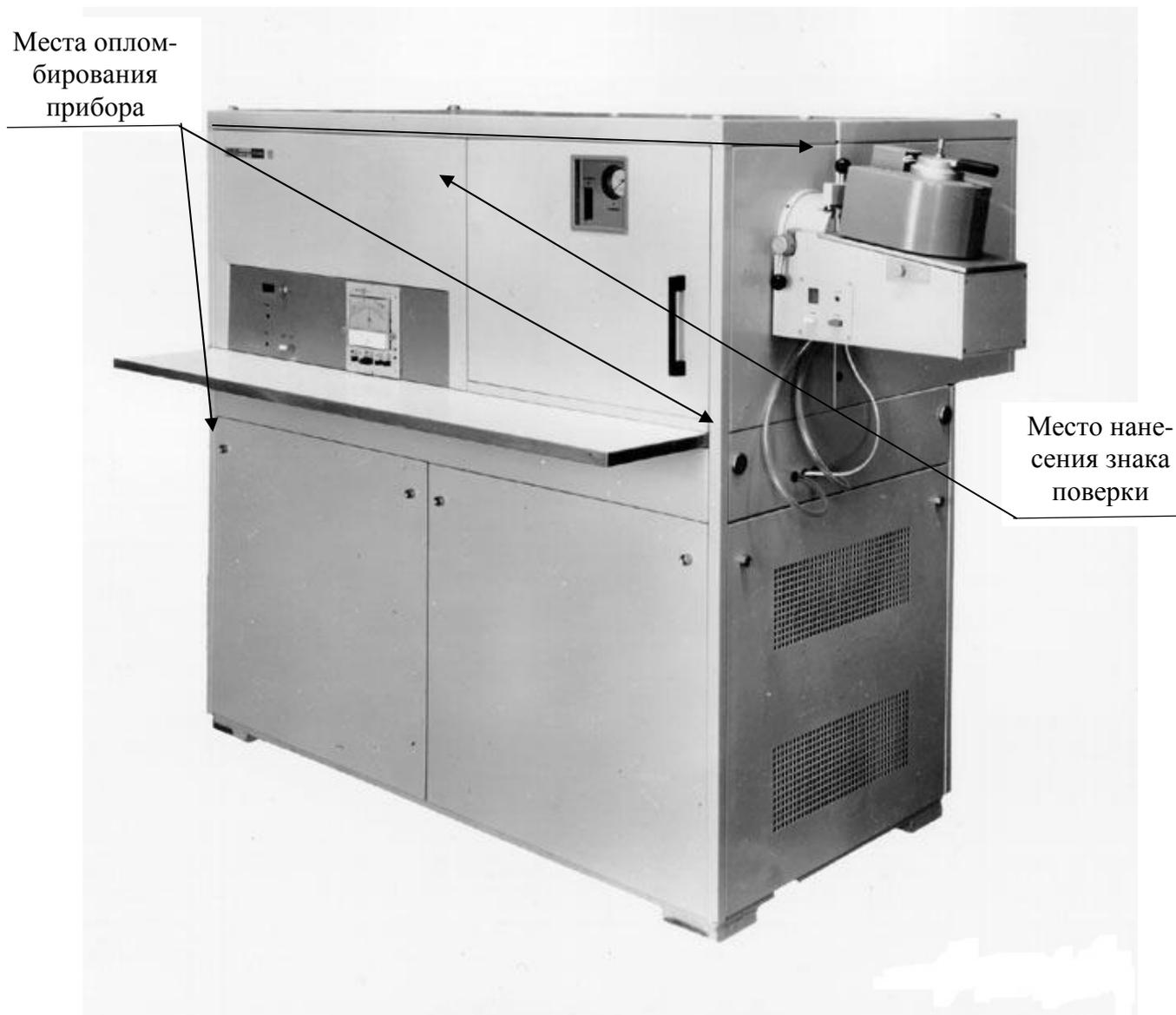


Рисунок 1 - Внешний вид спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ»

Программное обеспечение

Спектрометр ДФС-51 «СЛ» оснащен автономным программным обеспечением «GRAD», которое управляет его работой, отображает результаты, обрабатывает, передает и хранит полученные данные. Идентификационные данные ПО «GRAD» приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Идентификационные данные ПО «GRAD»

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	«GRAD»
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0*
Цифровой идентификатор ПО (расчет по алгоритму CRC32 для версии 1.0.4.20 , файл GradSL.exe)	04DEEE4E

* версия ПО может иметь дополнительные цифровые суффиксы

К метрологически значимой части ПО «GRAD» относятся исполняемый файл GradSL.exe и файлы *.ini, содержащие градуировочные коэффициенты для соответствующих методик анализа. Метрологически значимая часть ПО выполняет следующие функции:

- управление спектрометром;
- установка режимов работы спектрометра;
- настройка и оптимизация параметров;
- проведение диагностических проверок спектрометра;
- построение градуировочных зависимостей;
- измерение содержания элементов в анализируемом веществе;
- обработка и хранение результатов измерений.

Уровень защиты ПО «GRAD» от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует среднему уровню по Р 50.2.077-2014. Влияние ПО «GRAD» на метрологические характеристики спектрометров ДФС-51 «СЛ» учтено при их нормировании.

Метрологические и технические характеристики

приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Метрологические и технические характеристики спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ»

Наименование характеристики	Значение
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
Пределы детектирования легирующих и примесных элементов, % для С, S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, V - при анализе сталей	от 0,0008 до 0,0050 %
Пределы допускаемых относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей, %	
- в диапазоне массовых долей элементов от 0,0008 % до 0,005%	5,0
- в диапазоне массовых долей элементов свыше 0,0050 % до 0,10%	4,0
- в диапазоне массовых долей элементов свыше 0,10 % до 1,0 %	2,5
- в диапазоне массовых долей элементов свыше 1,0 % до 99,90 %	1,5
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей за 8 часов работы при анализе образцов стали, содержание элементов в которых не менее 0,5%, %	5,0

Наименование характеристики	Значение
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	ИВС-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± ²² ₃₃) В, (50±1) Гц (380± 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 PENTIUM II PCI 4 Мбайт 1,44 Мбайт USB интерфейс
Габаритные размеры, мм, не более - источника возбуждения спектров ИВС-500-4: - генератора - устройства поджига - полихроматора - стенда очистки и осушки аргона	145' 275' 450 105' 110' 190 1830' 1230' 1365 1135' 475' 1540
Масса, кг, не более - источника возбуждения спектров ИВС-23: - генератора - устройства поджига - полихроматора - электронно-регистрающего устройства - стенда очистки и осушки аргона	12 0,5 700 10 180
Время установления рабочего режима, не более, ч	4
Средний срок службы, не менее, лет	7
Наработка на отказ, ч, не менее	3000
Условия эксплуатации: диапазон температуры окружающего воздуха, °С изменение установленной температуры, не более, °С диапазон атмосферного давления, кПа диапазон относительной влажности, % при t = 25 °С	от +18 до +25 ±1 от 84,0 до 106,7 от 20 до 80

Знак утверждения типа

наносится на титульный лист руководства по эксплуатации спектрометров эмиссионных вакуумных ДФС-51 «СЛ» методом компьютерной графики и на лицевую панель корпуса спектрометра в виде наклейки.

Комплектность средства измерений

Определяется заказом и отражается в формуляре и спецификации; базовый комплект поставки спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ» указан в таблице 3.

Таблица 3 - Комплект поставки спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ»

1	Источник возбуждения спектров ИВС-500-4
2	Полихроматор вакуумный
3	Устройство электронно-регистрирующее «SL»
4	Стенд очистки и осушки аргона
5	Программное обеспечение «GRAD»
6	Комплект кабелей спектрометра
7	Комплект ЗИП полихроматора
8	Комплект ЗИП электронно-регистрирующего устройства
9	Комплект ЗИП электропечи ПМП-1,0-6
10	Руководство по эксплуатации спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ» СЛ 30.67.025.006.02РЭ
11	Формуляр на спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛ» ФО 4434-011-34303137-06
12	Руководство по эксплуатации источника возбуждения спектра ИВС-500-4 ИВС-500.04.000 РЭ
13	Паспорт источника возбуждения спектра ИВС-500-4 ПС 4434-009-34303137-04
14	Паспорт и техническое описание на электронно-регистрирующее устройство «SL» многоканальных фотоэлектрических систем с блоком питания
15	Описание и инструкция оператору программного обеспечения «GRAD»
16	Методика поверки спектрометра эмиссионного вакуумного ДФС-51 «СЛ» (Приложение А к Руководству по эксплуатации) МП-242- 0365 - 2006

Поверка

осуществляется по документу МП-242-0365-2006 «Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛ». Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 20 июня 2006 года.

Основные средства поверки: стандартные образцы состава стали углеродистой и легированной ГСО 4165-91П, ГСО 2489-91П, 2497-91П (комплект УГОи - УГ9и) или аналогичные.

Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра (рядом с местом для знака утверждения типа), как показано на рисунке 1.

Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в документах: «Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛ». Формуляр» ФО 4434-011-34303137-06; «Спектрометр эмиссионный вакуумный ДФС-51 «СЛ». Руководство по эксплуатации» СЛ 30.67.025.006.02РЭ; ГОСТ Р 54153-2010 «Сталь. Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа»; ГОСТ 27611-88 «Чугун. Метод фотоэлектрического спектрального анализа»; ГОСТ 7727-81 «Сплавы алюминиевые. Методы спектрального анализа»; ГОСТ 8857-77. «Свинец. Метод спектрального анализа»; ГОСТ 23328-95 «Сплавы цинковые. Методы спектрального анализа»; ГОСТ 17261-77 «Цинк. Спектральный метод анализа»; ГОСТ 23902-79 «Сплавы титановые. Методы спектрального анализа»; ГОСТ 9716.1-79 - ГОСТ 9716.3-79 «Сплавы медно-цинковые. Методы спектрального анализа»; ГОСТ 20068.1-79 - ГОСТ 20068.3-79 «Бронзы безоловянные. Методы спектрального и атомно-абсорбционного анализа».

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к спектрометрам эмиссионным вакуумным ДФС-51 «СЛ»

Технические условия ТУ 4434-010-34303137-06.

Изготовитель

ЗАО «Спектральная лаборатория», Россия
ИНН 7811017495
Юридический адрес: Россия, 192131, г. Санкт-Петербург, Б-р Красных Зорь, д. 5
Адрес производства: 191014, г. Санкт-Петербург, ул. Михайлова, д. 11
Тел/факс: (812) 385-14-53
E-mail: in@spectr-lab.ru

Испытательный центр

ГЦИ СИ Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева»
Адрес: Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
Тел. (812) 251-76-01, факс (812) 713-01-14
Адрес в интернете: <http://www.vniim.ru>
Адрес электронной почты: info@vniim.ru
Аттестат аккредитации ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30001-05 от 29.12.2005 г.

Заместитель
Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п. « ____ » _____ 2016 г.