

Подлежит публикации
в открытой печати

СОГЛАСОВАНО
Заместитель генерального
директора НПО "ВНИИМ им.

Д. И. Менделеева"

Александров

1994 г.



ОПИСАНИЕ

ТИПА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА

Спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (модели ICAP 61E, ICAP 61E TRACE ANALYZER, IRIS ICAP, IRIS AP, ENVIRO 1, AtomScan, Trace Scan, PolyScan, ENVIRO 2, POEMS)

Внесены в Государственный реестр средств измерений

Регистрационный №
13987-94

Взамен № _____

Выпускается по техническим условиям фирмы-изготовителя "Thermo Jarrell Ash Corporation" (США).

Назначение и область применения.

Многоканальные спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы, в дальнейшем квантметры предназначены для измерения концентрации различных элементов в самых разнообразных образцах,

водных растворах, продуктах питания, металлах, почвах, медицинских пробах и т.д..

Квантометры представляют из себя многоцелевые, автоматизированные системы, обеспечивающие пробоподачу, измерение, обработку выходной информации и ее регистрацию.

В квантометрах используется метод эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра пробы с помощью СВЧ разряда (индуктивно-связанная плазма).

Функционально квантометры состоят из источника возбуждения спектра, спектрального блока, системы регистрации и автоматизированной системы управления на базе IBM-совместимого спектрометра. В зависимости от комплектации приборы можно разделить на три основные группы:

1. Многоканальные спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (модели ICAP 61E, ICAP 61E TRACE ANALYZER, IRIS ICAP, IRIS AP, ENVIRO 1);

2. Спектрометры последовательного эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (модели AtomScan, Trace Scan);

3. Комбинированные спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (модели PolyScan, ENVIRO 2, POEMS).

Квантометры выполнены по модульному принципу и комплектуются различными блоками в зависимости от назначения прибора (Таблица 1).

1. Источник возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (ИСП) основан на возбуждении пробы в струе чистого аргона СВЧ генератором. Проба в виде паров или аэрозоля вводится в СВЧ разряд. Источник питается от радиочастотного генератора мощностью 2 КВт с автоматическим регулированием и стабилизацией мощности. В источник встроен перистальтический насос. Горелка выполнена из кварца или сапфира.

Горизонтальное расположение источника и проектирование на входную щель спектрального прибора торца пламени позволяет уменьшить порог обнаружения до 10 – 30 раз. Квантометры с такими источниками получил название Trace Analyzer и Trace AP.

Таблица 1

Основные характеристики спектральных анализаторов

N п/п	Модель анализатора	Источник возбуждения		Монохроматор		Полихроматор $F=0.75$ м	Полихроматор со скрещеной дисперсией	$F=0.3$ м	Квадруполь- ный масс- спектрометр	
		ИСП	ИСП	Дуга	Искра	$R=0.5$ м	$R=0.75$ м			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Квантометры с ИСП источником возбуждения спектра										
1	IRIS ISAP	+							+	
2	IRIS ISAP/SSEA								+	
3	ICAP-61E	+							+	
4	ICAP-61E SS	+			+			до 61 щели	+	
5	ICAP-61E Trace Analyzer	+						до 61 щели		
6	ICAP-61E/DC ARC	+		+				до 61 щели		
7	ICAP-61E/DIVA	+			+			до 61 щели		
8	ICAP-61E/DIVA DC ARC	+			+	+		до 61 щели		
9	ENVIRO-1	+						до 22 щелей		
10	ENVIRO-II	+				+		до 22 щелей		
11	POEMS	+							+	+
12	POEMS/SSEA	+			+				+	+
13	PolyScan 61E	+					+	до 61 щели		
14	PolyScan 61E SS	+			+		+	до 61 щели		
15	PolyScan 61E/ DIVA	+		+			+	до 61 щели		
16	PolyScan 61E/ DC ARC	+			+		+	до 61 щели		
17	PolyScan 61E/ DIVA/DC ARC	+		+	+		+	до 61 щели		
18	PolyScan II	+					+	до 61 щели		
19	PolyScan II SS	+		+			+	до 61 щели		
20	PolyScan II/ DIVA	+			+		+	до 61 щели		
21	PolyScan II/ DIVA/DC ARC	+		+	+		+	до 61 щели		
Спектрометры с ИСП источником возбуждения спектра										
22	AtomScan 16	+				+				
23	AtomScan 25	+					+			
24	Trace Scan		+				+			

Основные параметры источника:

Частота	- 27.12 МГц
Выходная мощность	- 750 - 1750 Вт (регулируется, 6 ступеней)
Расход охлаждающего аргона	- 8 и 16 л/мин

Для анализа твердых и ряда других образцов в приборе может быть установлен искровой источник возбуждения спектра, который создает униполярную или переменную по полярности искру, который гарантирует быстрое нарастание напряжения до рабочего напряжения. Это позволяет производить пробоотбор для последующего анализа с источником на основе индуктивно-связанной плазмы. Приборы с искровым пробоотбором имеют дополнение в наименовании прибора "SS" или "SSEA".

Основные параметры:

Максимальное напряжение	- 14000 В
Регулировка мощности	- 0, 40, 60, 80, 100 % (от полной мощности)
Частота повторения	- 200, 300, 400, 500 Гц (при частоте 50 Гц)

2. Оптические системы квантуметров базируется на полихроматорах и (или) монохроматорах:

2.1. Полихроматор по схеме Пашена-Рунге с входной щелью 26 мкм и дифракционной решеткой 2400 штр/мм или 1510 штр/мм. Полихроматор конструктивно выполнен в защищенном кожухе и в зависимости от исполнения определяется коротковолновая граница спектра.

Основные параметры:

Фокусное расстояние - 750 мм;

Область спектра:

Полное вакуумирование	- от 160 нм;
Продувка аргоном или азотом	- от 178 нм;
Без откачки	- от 190 нм.
Линейная дисперсия	- 0.26 - 0.84 нм/мм;
Разрешение	- до 0.015 нм.

2.2. Полихроматор со скрещенной дисперсией и дифракционной решеткой 63 штр/мм.

Основные параметры:

Фокусное расстояние	- 381 мм;
Область спектра	- 170 - 900 нм;
Разрешение	- до 0.013 нм.

2.3. Монохроматор по схеме Черни-Тернера и дифракционными решетками 2400 штр/мм и 1200 штр/мм.

Основные параметры:

Фокусное расстояние	- 500 мм;
Область спектра	- 160 - 850 нм;
Разрешение	- до 0.018 нм.

2.4. Монохроматор по схеме Черни-Тернера и дифракционными решетками 2400 штр/мм и 1200 штр/мм.

Основные параметры:

Фокусное расстояние	- 750 мм;
Область спектра	- 160 - 850 нм;
Разрешение	- до 0.008 нм.

Регистрация спектра осуществляется с помощью набора фотомножителей оптимизированных на определенные участки спектра. Регистрация спектра в полихроматоре по п. 2.2. осуществляется с помощью многоэлементной фотоприемной матрицы 512 × 512 элемента на основе фотодиодов с инжектируемым зарядом.

Квантометры с источником на основе индуктивно-связанной плазмы могут поставляться в комплекте с автосампллерами для автоматической подачи проб: "TJA 300" - 300 проб, "TJA 192" - 192 пробы "TJA 96" - 96 проб.

Конструктивно квантометры выполнены в виде напольных приборов с отдельно устанавливаемым блоком питания источника возбуждения спектра и компьютера.

Комплектуя многоканальные спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы ICAP дополнительно искровым или дуговым источником могут быть созданы универсальные спектральные комплексы предназначенные также и для анализа металлов, сплавов, твердых материалов. Их параметры в зависимости от источников возбуждения спектра соответствуют параметрам многоканальных

спектрометров эмиссионного анализа (модели AtomComp-81, TJA-181, TJA-281).

Управление процессом измерения в квантometрах осуществляется от IBM PC -совместимого компьютера (модель не ниже 386) с помощью специальной программного комплекса "ThermoSPEC".

Программный комплекс "ThermoSPEC" – это всеобъемлющий пакет программ, предназначенных для наиболее полного использования всех возможностей спектрометра. Любая часть программы поддерживается достаточной информацией, содержащейся в файлах помощи (Help), вызываемых нажатием функциональной клавиши <F10>.

Программный комплекс "ThermoSPEC" предлагает три режима работы спектрометра. Наиболее обычным режимом является использование меню и функциональных клавиш. Кроме того, имеется два альтернативных режима работы, позволяющих программировать последовательность операций, которую позже можно воспроизвести и выполнить. Этими альтернативными вариантами являются режим макрокоманд или макросов (Macros) и командный режим (Commands).

Программным образом осуществляется настройка прибора, оптимизация его параметров, управление его работой, обработка выходной информации, печать результатов анализа и запоминание результатов анализа. Во всех частях программы, в которых требуется какой-либо ввод, в память заложено необходимое установочное значение, принимаемое программой по умолчанию и соответствующее стандартным методикам. Поэтому, для проведения приткодочного анализа достаточно в методе анализа задать лишь необходимые для определения элементы.

В состав программного обеспечения приборов также входит программный пакет "ENABLE", который представляет собой интегрированную систему, содержащую текстовый процессор, электронную таблицу, программу управления базой данных, графическую программу и программу обеспечения телекоммуникаций. Этот пакет обеспечивает пользователю максимальную гибкость и универсальность при создании протоколов.

Прибор комплектуется руководством, содержащим подробное изложение работы прибора.

Основные технические характеристики.

1. Спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы предназначены для измерения концентрации различных элементов в самых разнообразных образцах, водных растворах, продуктах питания, металлах, почвах, медицинских пробах и т.д..

2. Погрешность измерения является суммой инструментальной погрешности, погрешности определения компонентов в стандартных образцах, используемых для градуировки и погрешностью, обусловленной взаимным влиянием компонентов пробы. Инструментальная погрешность в большинстве случаев значительно меньше погрешности, обусловленной особенностью методики. Поэтому погрешность результатов анализа определяется точностью измерения содержания компонентов в стандартных образцах и погрешностью методики.

Предел обнаружения также может определяться в определенных случаях матрицей пробы, чистотой исходных реагентов и чистотой помещения, где проводится анализ.

- 3. Рабочий спектральный диапазон прибора - 160 - 900 нм.
- 4. Спектральное разрешение - до 0.013 нм.
- 5. Пределы обнаружения элементов - 0.3 - 1000 мг/л
(в зависимости от элемента и методики)
- 6. Погрешность определения концентрации - 1 - 20 %
(в зависимости от элемента и методики)
- 7. Габаритные размеры и масса - определяются комплектацией квантметра

Знак Государственного реестра

Наносится на титульный лист технического паспорта прибора.

Комплектность

- 1. Измерительный прибор
- 2. Комплект эксплуатационных документов.

Поставляются по специальному заказу:

1. Комплект ЗИП.
2. Автосамплер.
3. Дополнительны источники возбуждения спектра.
4. Дополнительные штативы.

Проверка

Проверка приборов проводится согласно инструкции по поверке в соответствии с методиками, изложенными в техническом описании фирмы изготовителя.

Периодичность поверки один раз в год.

Средства поверки:

ГСО на применяемые методики.

Ремонт и сервисное обслуживание анализаторов осуществляет представительство фирмы "INTERTECH Corporation" (США) в России.

Нормативные документы

Технический паспорт на спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (модели ICAP 61E, ICAP 61E TRACE ANALYZER, IRIS ICAP, IRIS AP, ENVIRO 1, AtomScan, Trace Scan, PolyScan, ENVIRO 2, POEMS).

Заключение

Спектрометры эмиссионного анализа с источником возбуждения спектра на основе индуктивно-связанной плазмы (модели ICAP 61E, ICAP 61E TRACE ANALYZER, IRIS ICAP, IRIS AP, ENVIRO 1, AtomScan, Trace Scan, PolyScan, ENVIRO 2, POEMS) соответствуют требованиям национальной нормативно-технической документации.

Начальник лаборатории

НПО "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"


Л.А. Конопелько

Ведущий научный сотрудник

НПО "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"


М.А. Гершун