

LAB-X5000 для определения серы в нефти и нефтепродуктах в диапазоне 0 – 150 мг/кг (ppm) – в гелиевой среде

Соответствует ISO13032

Методика LX5K-Met24 v2

Конфигурация оборудования.

Этот метод предназначен для LAB-X5000 с гелиевой продувкой и рентгеновской трубкой оснащенной титановой мишенью.

Набор необходимых принадлежностей:

- Алюминиевые стаканчики для жидких образцов (Кат. № 54-L-242 / 10001172) с пластиковыми вставками и крышками (Кат. № 54-СК-100 / 10011741) либо одноразовые стаканчики (Кат. № 54-LX6922 / 10003449)
- Вторичное защитное окно (Кат. № 54-LX6879 / 10003448);
- Пленка Poly-M, толщина 2.5 мкм (Кат. № 54-L77 / 10005353)
- Опорный образец, (Кат. № 54-SU-S20B / SU-S20B)
- Легкое минеральное масло с содержанием серы <0,2 мг/кг (Кат. № 54-СМ0038 / 10003349).
- Калибровочные образцы (Кат. № 10003365).

Копирование метода.

Все настройки оборудования для работы с калибровкой заданы в шаблонах «Hitachi High-Tech Analytical Science». Эти шаблоны хранятся в памяти прибора и могут быть скопированы столько раз, сколько потребуется. Для копирования перейдите в меню «Калибровка», выберите «Импорт калибровки», затем выберите шаблон «LX5K-Met24 0-150ppm S (He)» и нажмите принять (галочка). Выберите «Включить стандарты» («Включить спектры» выбирать не надо) и нажмите принять (галочка). Теперь шаблон доступен в списке методов. Рекомендуется присвоить методу новое имя после его копирования. Для этого перейдите в «Выбрать калибровку» и у «LX5K-Met24 0-150ppm S (He)» и коснитесь трех вертикальных точек. В открывшемся меню выберите «Переименовать».

Чтобы шаблон был доступным для рутинного анализа, необходимо произвести измерение анализируемых стандартов.

Описание метода.

Каждый метод включает в себя несколько разделов: аналиты, стандарты, регрессии и рестандартизация. Шаблон метода содержит информацию обо всех разделах, кроме стандартов. Стандарты должны быть добавлены к методу и измерены самостоятельно.

Ниже приведены параметры метода:

Таблица 1: Аналиты

Аналит	Условие	Время (сек)	Регион (кэВ)	Использование В калибровке
S	13 kV 230 µA W1 filter, He	240	2.22 – 2.40	Да
Ti			4.30 – 4.65	Нет

Таблица 2: Настройки экрана

Аналит	Имя	Ед.измерения	Кол-во десятичных знаков
S	S	мг/кг (ppm)	1

Таблица 3: Регрессия

Аналит	Модель
S	Ratio (linear) to Ti, power 1

Таблица 4: Рестандартизация

Аналит	Низкий SUS	Высокий SUS
S	Легкое минеральное масло	SU-S20B
Ti	SU-S20B	Легкое минеральное масло

Подготовка оборудования.

Перед выполнением любых измерений по калибровке анализатора необходимо, чтобы прибор был включен в сеть электропитания в течение двух часов для достижения температурной стабильности.

Подготовка стандартов.

Этот метод предназначен для анализа образцов нефти в заранее подготовленных кюветах, оснащенных пленкой Poly-M. Рекомендуется заполнять чашку для образца до внутренней линии (приблизительно 13 мл). Примечание: Перед заполнением чашки убедитесь, что на ней нет пыли или волос (волосы содержат до 5% серы и, если они присутствуют в чашке или на пленке, это скажется на результаты измерений). Стандарты могут быть получены самостоятельно разбавлением н-дибутилсульфида минеральным маслом высокой чистоты

либо приобретены.

Калибровка.

Перейдите в раздел «Стандарты». Первые два образца в шаблоне - это образцы, используемые для стандартизации (первое измерение SUS) и рестандартизации (последующее измерение SUS) калибровки. Чтобы добавить первый калибровочный стандарт, нажмите кнопку «+», введите название стандарта и его концентрацию. Поместите защитное окно, собранное с использованием пленки Poly-M в порт для образцов, поместите в него подготовленную кювету для образца, также снабженной пленкой Poly-M и нажмите кнопку Старт. После измерения стандарта экран обновится, покажет состояние, время и дату измерения. Повторите эти действия для каждого стандарта калибровки, убедившись, что между каждым измерением защитное окно не загрязнено.

Хорошей практикой является извлечение образцов из прибора сразу после анализа, чтобы предотвратить потенциальную протечку образца из кюветы в анализатор.

После того, как все стандарты измерены, перейдите в раздел «Регрессии» и проверьте результаты измерений. Все необходимые коррекции предустановлены в шаблоне. Не переделявайте их. Если результаты не удовлетворительны (см. Таблицу 5 с типичными характеристиками калибровки), вы можете поэкспериментировать с удалением, повторным измерением, а также добавлением дополнительных стандартов.

Таблица 5: Типичные калибровочные характеристики для определения серы в нефти (гелиевая среда)

Диапазон (мг/кг)	Время (сек)	Стандартная ошибка оценки регрессии (мг/кг)	Предел обнаружения (3σ) (мг/кг)	Гарантированный предел обнаружения (3σ) (мг/кг)	Предел количественного определения (10σ) (мг/кг)	Точность (95% доверительная вероятность)
0 – 150	240 x 2 *	0.8	0.8*	1.2*	3*	0.8 при 10

* Один результат представляет собой среднее значение из двух в соответствии с процедурой ISO 13032.

Для внедрения в систему контроля качества рекомендуется регулярно проводить измерения контрольных образцов и сохранять полученные результаты.

Опорные образцы (SUS) - Стандартизация.

Под стандартизацией в данном случае понимается первое измерение опорных образцов (SUS), которые в последствии будут использоваться для процедуры рестандартизации.

В методе используется два опорных образца: легкое минеральное масло (light mineral oil), и SU-S20B. Закончив работу с регрессией, перейдите в «Стандарты». Используемые SUS

предварительно назначены – это первые два образца. Убедитесь, что переключатель «Включить в регрессию» выключен и измерьте каждый SUS по очереди, используя защитное окно, оснащенное пленкой Poly-M. После измерений перейдите в «Регрессии», «Настройки» (шестеренка) и убедитесь, что функция рестандартизации включена и выбраны соответствующие нижний и верхний опорные образцы (см. таблица 4). После того, как все образцы выбраны, нет необходимости их повторного измерения.

Настройка образца контроля.

Если вы хотите, чтобы LAB-X5000 был частью вашей системы контроля качества, вы можете назначить образец контроля для проверки построенной калибровки. Для этого перейдите в меню «Калибровка», выберите калибровку, затем перейдите в «Параметры калибровки» и выберите «Образец контроля качества». Задайте имя образца, его концентрацию («эталонное значение»), нижний и верхний пределы. Рекомендуется регулярно измерять данный образец и проводить рестандартизацию в случае, когда результаты выходят за пределы допуска.

Рутинный анализ

Чтобы соответствовать ISO 13032, для каждого образца необходимо получить среднее значение из двух показаний. Вы можете настроить это в пользовательском интерфейсе LAB-X: перейдите в раздел «Калибровка», выберите свою калибровку, затем нажмите «Настройки калибровки», установите для параметра «Количество аликвот» значение 2 и оставьте для параметра «Количество измерений на аликвоту» значение 1. Вам будет предложено ввести вторую аликвоту после измерения первой, и средний результат будет автоматически рассчитан после измерения обеих аликвот.

Рестандартизация.

В случае обнаружения дрейфа результатов измерений нет необходимости заново перестраивать всю калибровку – достаточно измерить два опорных образца SUS. Для этого перейдите в «Калибровка», выберите «Рестандартизация» и измерьте по очереди запрошенные образцы SUS используя защитное окно, оснащенное пленкой Poly-M. После этого выполните измерение образца контроля для подтверждения того, что процедура рестандартизации прошла успешно. В редких случаях может потребоваться перемерить калибровочные образцы и построить калибровку заново.