

LAB-X5000 для определения кремния на бумаге

Методика LX5K-Met04 v2

Конфигурация оборудования.

Этот метод предназначен для LAB-X5000, с рентгеновской трубкой оснащенной палладиевой мишенью и взрывателем образца.

Набор необходимых принадлежностей:

- Держатель для бумажных образцов (Кат. № L229)
- Дополнительное защитное окно (Кат. № LX6879); пленка не нужна.
- Вырубщик образцов (Кат. № LX6912-1)
- Опорные образцы, Кат. № SUSI05B, SUSI10B
- Контрольный образец, Кат. № SUSI30B

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 в меню «Метод» выберите «Импорт калибровки», затем выберите шаблон «LX5K-Met04 Si on paper» и нажмите принять (галочка). Выберите «Включить стандарты» (Include Spectra выбирать не надо) и нажмите принять (галочка). Теперь шаблон доступен в списке «Выбрать калибровку». Рекомендуется присвоить методу новое имя после его копирования. Для этого перейдите в «Выбрать калибровку» и коснитесь трех вертикальных точек. В открывшемся меню выберите «Переименовать».

Чтобы был шаблон 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:

Hitachi High-Tech Analytical Science

Tubney Woods, Abingdon, Oxfordshire, OX13 5QX, UK
Tel. +44-(0)-1865-393-800 Fax. +44-(0)-1865-393-333
www.hitachi-hightech.com/hha
Company Reg No.10707125

HITACHI
Inspire the Next

Таблица 1: Анализируемые элементы.

Аналит	Условия	Время анализа, сек.	Отображаемое имя	Единица измерения	Количество десятичных знаков
Si	9 kV, 100 μ A, Open (filter 0)	60	Si	г/м ²	3

Таблица 2: Регрессия.

Аналит	Модель
Si	Линейная, коррекция фонового образца

Таблица 3: Рестандартизация.

Аналит	Низкий SUS	Высокий SUS
Si	SUS110B	SUS105B

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. Установите дополнительное защитное окно (без пленки).

Подготовка стандартов.

Этот метод предназначен для анализа образцов бумаги покрытых кремнием. Стандарты помещаются в держатель образцов (диск диаметром 35 мм) таким образом, чтобы покрытие оказалось с видимой стороны. Использование держателя гарантирует, жесткую фиксацию образца, а также обеспечит постоянный фоновый сигнал для оптимальной точности. Если стандарты не помещаются в держатель, обрежьте их до нужного размера, используя прилагаемый вырубщик для образцов.

Калибровка

Перейдите в раздел «Стандарты». Единственная стандартная настройка в шаблоне - это настройка образцов, используемых для построения регрессии (первое измерение SUS) и рестандартизации (последующее измерение SUS) калибровки, а также образец коррекции фона (фоновый образец, используемый для корректировки различий между типами бумаги.). Просто нажимайте кнопку >, пока не доберетесь до стандарта 3/3. Чтобы добавить калибровочный стандарт, нажмите кнопку +, введите название стандарта и его характеристики. Поместите подготовленный держатель (бумага лицевой стороной вниз) в порт для образца и нажмите кнопку «Пуск» для измерения. После измерения стандарта экран обновляется, чтобы показать состояние, время и дату измерения. Повторите этот этап для каждого калибровочного стандарта.

Теперь необходимо измерить фоновый образец (бумагу без покрытия) используемый для коррекции измерений. Это должен быть образец с тем же типом и плотностью бумаги, что и для калибровочных стандартов. Если такого образца нет, используйте обратную сторону стандарта с наименьшим покрытием Si. В меню «Стандарты» используйте кнопку <, чтобы вернуться к Фоновому образцу. Установите образец без покрытия в держателе, вставьте его в порт и измерьте. При измерении фонового образца отключите параметр «Включить в регрессию».

После измерения фонового образца, перейдите во вкладку регрессий и проверьте полученные калибровочные данные. Если результаты не являются удовлетворительными (см. Таблицу 4: Типичные характеристики калибровки), вы можете поэкспериментировать с удалением и повторным измерением стандартов, а также добавлением дополнительных стандартов.

Таблица 4: Типичные характеристики калибровки

Диапазон	Время анализа (секунд)	Стандартная ошибка метода	Предел обнаружения (3σ)	Точность
0 – 2.28 г/м ²	60	0.01 г/м ²	0.003 г/м ²	< 0.01 при 0.94 г/м ²

Настройка опорных образцов (SUS) - стандартизация.

В методе для настройки калибровки используются два опорных образца: SUSI10B и SUSI05B. Данные образцы предустановлены в шаблоне. Измерьте каждый образец по очереди. Убедитесь, что параметр «Включить в регрессию» выключен для всех опорных образцов. После завершения нажмите

< и значок «Домой». Опорные образцы рекомендуется хранить в чистом и сухом месте. Теперь можно переходить к рутинному анализу.

Настройка процедуры контроля качества

Если вы хотите, чтобы LAB-X5000 был частью вашей системы контроля качества, вы можете назначить контрольный образец для проверки построенной калибровки. Для этого перейдите в меню «Метод», выберите калибровку, затем перейдите в «Параметры калибровки» и выберите «Образец контроля качества». Задайте имя образца, его концентрацию («эталонное значение»), нижний и верхний пределы. Включите параметр «Активный».

Примечание: образец SUSI30B поставляется в качестве образца для контроля качества. Результат его измерений должен составлять около 1 г /м². Убедитесь, что тот же образец фона был измерен перед измерением контрольного образца.

Проведение анализа

В случае измерения образцов бумаги того же типа и плотности, что и для калибровочных стандартов, образцы могут быть измерены без каких-либо дополнительных шагов. Другие виды бумаги нуждаются в корректировке калибровочной линии. Для этого в главном меню выберите «Вычитание бланка», введите новое имя фона и измерьте его. Новый фоновый образец должен быть из того же материала, что и дальнейшие образцы для измерения.

Рестандартизация

В случае возникновения дрейфа результатов анализа нет необходимости повторно выполнять весь процесс калибровки. Достаточно измерить два опорных образца: Из главного меню перейдите в «Метод», далее «Стандарты» и измерьте каждый опорный образец (SUSI05B, SUSI10B) по очереди. Затем измерьте контрольный образец, чтобы подтвердить, что процесс рестандартизации прошел успешно.