

**Рекомендации
по выбору плёнок для приготовления кювет
к анализаторам хлора Clora и Clora 2XP (X-Ray Optical Systems, США)**

Автор: Коляда С.А., ООО «АВРОРА СЕРВИС»

При работе с анализаторами хлора Clora и Clora 2XP часто используют кюветы Chemple (тип кюветы определяется комплектацией прибора). В этом случае пользователь может запечатывать кюветы разными пленками (в том числе, отличными от той, что поставляется в комплекте с прибором). В этой статье приведены критерии отбора подходящей плёнки.

Используемая плёнка для приготовления кювет должна соответствовать следующим критериям:

- устойчивость к воздействию пробы;
- слабое поглощение рентгеновского излучения
- достаточная механическая прочность

в противном случае, возможно разрушение кюветы и протечка образца, либо низкая чувствительность анализа (при использовании плёнок, сильно поглощающих рентгеновское излучение).

В таблице ниже приведены данные устойчивости некоторых видов плёнок к разным типам проб.

Обозначения:

- EXC – отличная устойчивость;
 Good – хорошая устойчивость;
 Fair – удовлетворительная устойчивость;
 NR – недостаточная устойчивость;
 UNK – неизвестно

Типы проб \ плёнки	Mylar®	Poly-Carbonate	ETNOM®	Kapton®	Prolene®	Zythene™
Сложные эфиры	NR	NR	Fair	Good	Good	Fair
Простые эфиры	Fair	NR	Fair	UNK	NR	Fair
Алифатические углеводороды	Good	NR	EXC	EXC	Good	EXC
Ароматические углеводороды	NR	NR	EXC	EXC	NR	EXC
Галогенпроизводные углеводородов	Fair	NR	Fair	Fair	NR	Fair
Кетоны	NR	NR	Good	Good	Good	Good

Углеводородный состав нефти (и состав получаемой из неё нефти) индивидуален для каждого месторождения. Если в нефти преобладают углеводороды парафинового ряда (алифатические углеводороды), то выбор химически устойчивых плёнок достаточно широк.

Если нефть содержит значительное количество ароматических углеводородов, то число подходящих плёнок невелико. Установить совместимость плёнки с пробами нефти можно только экспериментальным методом: приготовить кювету с плёнкой, залить анализируемую пробу, повернуть кювету плёнкой вниз и через 5-10 минут осмотреть плёнку. Если произошла деформация плёнки (морщины, провисания и т.д.), то от использования данного типа плёнки следует отказаться и приобрести более устойчивую.

Высокую устойчивость как к алифатическим, так и к ароматическим углеводородам демонстрируют плёнки ETNOM®, Kapton® и Zythene™. Эти плёнки рекомендуется применять, например, при определении чистоты толуола. Плёнки Mylar® и Prolene® можно применять при небольшой концентрации ароматических соединений и не рекомендуется использовать для проверки чистоты толуола.

Для определения степени чистоты ацетона рекомендуется применять плёнки ETNOM®, Kapton®, Prolene®, Zythene™.

Ни одна из доступных плёнок не обладает высокой устойчивостью к хлорорганическим соединениям, поэтому не следует проводить повторное измерение той же самой кюветы. Необходимо приготавливать новую кювету непосредственно перед каждым единичным определением. Извлекать кювету из прибора следует сразу после окончания определения. Не допускается повторное использование кювет.

Толщина плёнки оказывает существенное влияние на результат измерения. Чем толще плёнка, тем больше она поглощает рентгеновское излучение и ниже чувствительность метода. С другой стороны, уменьшение толщины плёнки снижает её прочностные свойства и увеличивает вероятность протекания кюветы. Определение низких концентраций хлора требует применения как можно более тонких плёнок (как правило, 3-4 мкм).

Отечественные стандарты определения органического хлора методом рентгенофлуоресцентной волнодисперсионной спектроскопии предписывают использовать полиэтилентерефталатную плёнку марки ПЭТ-КЭ толщиной 5 мкм (пункт 25.4 ГОСТ 52247-2004 и пункт 26.4 ГОСТ 33342-2015). Допускается использовать другие материалы, если это не приводит к ухудшению метрологических характеристик.

ASTM D4929 содержит более подробные рекомендации (пункт 23.5.3): может использоваться любая плёнка, стойкая к воздействию пробы, не содержащая хлор и прозрачная для рентгеновских лучей, например, из полиэфира, полипропилена, поликарбоната или полиимида. Однако, пробы с высоким содержанием ароматических углеводородов могут растворять плёнки из полиэфира и поликарбоната.

Полиэтилентерефталат (полиэфир, рекомендованный отечественными стандартами) выпускается под различными торговыми марками. Наиболее известны плёнки Mylar и Hostaphan. Эти плёнки соответствуют требованиям отечественных стандартов по материалу, но, как правило, имеют толщину 3 или 6 мкм, а не 5 мкм (как рекомендовано стандартами). Рекомендуется использовать плёнку толщиной 3 мкм. Следует отметить, что химическая стойкость полиэтилентерефталата хуже, чем у большинства представленных в таблице материалов.

При выборе производителя плёнки следует учитывать, что для получения стабильных результатов плёнка должна иметь одинаковую толщину по всему рулону. Кроме того, в зависимости от способа формования плёнка может быть волокнистой или достаточно однородной. Плёнки из одного материала (например, полиэтилентерефталата), но выпущенные разными производителями могут отличаться по качеству. Стабильность результатов при использовании волокнистой плёнки или плёнки переменной толщины значительно хуже. Проверить это можно только экспериментально, производя многократные измерения разных кювет с одним и тем же стандартным образцом или калибровочным раствором. Рекомендуется использовать плёнки проверенных производителей.

Производитель анализаторов хлора Clora и Clora 2XP рекомендует использовать плёнки ETNOM® (толщина 3 мкм) и Prolene® (толщина 4 мкм), выпускаемые Chemplex Industries, Inc. Плёнка поставляется в коробках по 100 пластинок в коробке (на приготовление кюветы расходуется одна пластинка). Именно эти плёнки поставляются в комплекте с анализатором при выпуске из производства. Мы так же рекомендуем использовать плёнки ETNOM® и Prolene®, отмечая, что плёнка ETNOM® более универсальна и в большей степени пригодна для анализа

ароматических углеводородов и ацетона. При внесении анализаторов Clora и Clora 2XP в Госреестр СИ использовали именно эти плёнки. Метрологические характеристики приборов, установленные с использованием ETNOM® и Prolene®, приведены в описании типа средств измерений. Минимальная определяемая концентрация органического хлора ниже, чем установлено отечественными стандартами, а метрологические характеристики соответствуют требованиям стандартов.

При использовании иных материалов рекомендуем убедиться, что минимально определяемая концентрация органического хлора, повторяемость и точность измерений соответствуют требованиям стандартного метода испытаний.